



Effet des additions minérales et organiques sur le comportement rhéologique du béton

Mhamed Adjoudj

► To cite this version:

Mhamed Adjoudj. Effet des additions minérales et organiques sur le comportement rhéologique du béton. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Cergy Pontoise; Université Hassiba Benbouali de Chlef (Algérie), 2015. Français. NNT : 2015CERG0784 . tel-01355155

HAL Id: tel-01355155

<https://theses.hal.science/tel-01355155>

Submitted on 22 Aug 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



THÈSE EN COTUTELLE

entre

UNIVERSITE DE CERGY-PONTOISE (France)

Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC)

Et

UNIVERSITE HASSIBA BENBOUALI DE CHLEF (Algérie)

Laboratoire Sciences des Matériaux et Environnement

Présentée par :

M'hamed ADJOUDJ

Pour obtention du diplôme de :

DOCTORAT En SCIENCES

Spécialité : Génie Civil

Option : Matériaux et Structures

*Effet des additions minérales et organiques sur le
comportement rhéologique du béton*

Soutenu publiquement à Chlef le **06/04/2015** devant le jury:

Said Kenai	Professeur	Université SD de Blida	Président
Karim Aït-Mokhtar	Professeur	Université de La Rochelle	Examineur
Mohamed Ghrici	Professeur	Université HB de Chlef	Examineur
Abdelhak Kaci	MC	Université de Cergy Pontoise	Examineur
El-Hadj Kadri	Professeur	Université de Cergy Pontoise	Directeur de thèse
Karim Ezziane	Professeur	Université HB de Chlef	Directeur de thèse

Promotion : 2015



*De droite à gauche
Pr Kadri El-Hadj, Pr Ezziane Karim, Adjoudj M'hamed, Pr Kenai Said, Dr Kaci
Abdelhak, Pr Ghrici Mohamed, Pr Ait Mokhtar Karim.*

Remerciements

Ce travail de recherche est le fruit d'une convention en cotutelle entre l'Université de Université Hassiba Benbouali de Chlef et l'Université de Cergy-Pontoise. La présente étude a été réalisée au sein du Laboratoire de Sciences des Matériaux et Environnement à la Faculté de Génie Civil et d'Architecture de Chlef du coté Algérien et au Laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil (L2MGC) du coté Français

Je remercie vivement mon codirecteur de thèse, Monsieur El-Hadj Kadri, Professeur des Universités à l'Université de Cergy-Pontoise, enseignant chercheur au Laboratoire Mécanique et Matériaux en Génie Civil (L2MGC), d'avoir assuré la cotutelle de ce travail, et de m'avoir apporté la rigueur scientifique nécessaire à son bon déroulement, je tiens également à le remercier de sa gentillesse et sa grande disponibilité. Le partage de l'ensemble de ses connaissances m'a toujours permis de travailler dans les meilleures conditions.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à mon directeur de thèse Monsieur Karim Ezziane, Professeur à la Faculté de Génie Civil et d'Architecture de Chlef qui m'a accueilli dans son laboratoire et qui m'a donné l'opportunité d'effectuer ce travail, de ses conseils scientifiques tout au long de la thèse, sa grande disponibilité, ses encouragements et de la confiance qu'il m'a accordée.

Je remercie vivement Monsieur Karim Aït-mokhtar ; Professeur à l'Université de la Rochelle, et monsieur Mohamed Ghrici ; Professeur à la Faculté de Génie Civil et d'Architecture de Chlef, pour avoir accepté de rapporter ce travail et consacré une partie de leurs temps si précieux. De même, j'adresse mes remerciements à Monsieur Said Kenai ; Professeur à l'Université de Blida et Monsieur Abdelhak Kaci ; Maître de conférences à l'Université Cergy Pontoise pour avoir examiné cette thèse. A cette occasion, j'exprime à tous les membres du jury toute ma gratitude pour l'intérêt qu'ils ont manifesté à l'égard de ce travail et pour leurs appréciations.

Je voudrais également remercier Monsieur Tien-Tung Ngo et Hamza Soualhi pour avoir toujours été présents durant ces années. Ce fut un grand plaisir d'avoir pu discuter, expliquer ou concevoir de nouvelles approches. Merci pour votre patience et votre soutien

Je remercie tous les membres de la Faculté de Génie Civil et d'Architecture de Chlef, du Laboratoire Mécanique et Matériaux en Génie Civil (L2MGC) enseignants, chercheurs, techniciens et personnels administratifs avec qui j'ai eu le plaisir de travailler.

Mes remerciements s'adressent aussi à mes parents, mes frères, et mes sœurs, qui m'ont soutenu pendant ma recherche.

M. ADJOUDJ

Résumé

Les propriétés rhéologiques d'un mortier ou d'un béton sont d'une importance capitale pour les constructeurs qui visent une mise en place convenable de ce matériau. Ce travail s'intéresse à évaluer les propriétés rhéologiques d'un mortier normalisé contenant des additions minérales et plusieurs types de superplastifiants. Un programme expérimental a été entamé pour définir les paramètres les plus influents et trouver un moyen de prédiction du comportement rhéologique du mortier à partir de sa composition. Le travail comporte quatre additions minérales à savoir la fumée de silice, le laitier, la pouzzolane naturelle et le calcaire. De plus deux types de superplastifiants l'un à base de lignosulfonate et l'autre à base de polycarboxylates. Le résultat permet de sélectionner les additions les plus performantes à améliorer les paramètres rhéologiques du mortier (laitier, calcaire) et réduire les taux d'utilisation des additions ayant un effet néfastes (fumée de silice, pouzzolane). Ce résultat a été confirmé avec une corrélation satisfaisante en comparant les propriétés rhéologiques avec l'épaisseur du film d'eau. De plus une relation mathématique a été proposée et qui corrèle mieux les résultats obtenus et dont l'application sur d'autres résultats a donné une large satisfaction.

Mots clés : additions minérales, *Mortier*, *Viscosité plastique*, *rhéologie*, *ouvrabilité*, *superplastifiant*, *Seuil de cisaillement*, *épaisseur du film d'eau*.

Abstract

The rheological properties of a mortar or concrete are of capital importance for builders which aim a proper placement of the material. This work focuses on evaluating the rheological properties of a standard mortar containing mineral admixtures and several types of superplasticizers. An experimental program was initiated to identify the most influential parameters and find a way to predict the rheological behavior of mortar from its composition. The work consists of four mineral additions namely silica fume, slag, natural pouzzolan and limestone powder. Also two types of superplasticizers; one based on lignosulfonate and other based on polycarboxylates. The result allows to select the most efficient mineral addition to improve the rheological parameters of the mortar (slag, limestone) and to reduce the use of addition with adverse effect (silica fume, pouzzolan) . This result was confirmed with a satisfactory correlation by comparing the rheological properties with the water film thickness. In addition, a mathematical relationship was proposed which better correlates the results and its application to other results gave a broad satisfaction.

Keys world: *Mineral addition*, *Mortar*, *Plastic viscosity*, *Rheology*, *Slump*, *Superplasticizer*, *Yield stress*, *water film thickness*.

Liste des figures

2	<i>Schéma glissement des couches</i>	19
Figure 1.2 :	<i>Schéma de vitesse de cisaillement</i>	20
Figure 1.3 :	<i>Contributions de la phase solide et de la phase liquide à la résistance au cisaillement du béton [4]</i>	21
Figure 1.4 :	<i>Les comportements rhéologiques des fluides</i>	23
Figure 1.5 :	<i>Comportement d'un corps thixotropique [10]</i>	25
Figure 1.6 :	<i>Rhéomètre Two-point-test [12]</i>	27
Figure 1.7 :	<i>Rhéomètre à béton IBB [13]</i>	27
Figure 1.8 :	<i>Rhéomètre BML</i>	28
Figure 1.9 :	<i>Rhéomètre à béton du Cemagref</i>	28
Figure 1.10:	<i>Rhéomètre à béton BT Rhéom</i>	29
Figure 1.11:	<i>Valeurs de viscosité plastiques identifiées sur les bétons et mortiers étudiés avec différents appareils [17]</i>	29
Figure 1.12:	<i>Effet du rapport E/C sur les paramètres rhéologiques des bétons [20]</i>	31
Figure 1.13:	<i>Variation du Seuil de cisaillement et de la viscosité d'une pâte de ciment en fonction du temps confectionnée avec différents types de superplastifiant [25]</i>	32
Figure 1.14:	<i>Évolution du comportement rhéologique en fonction du temps</i>	33
Figure 1.15:	<i>Variation du seuil 'écoulement en fonction de la température pour différentes pâtes de ciments [27]</i>	34
Figure 1.16:	<i>Coefficient de viscosité relative en fonction de la température et le dosage en superplastifiant [27]</i>	34
Figure 2.1 :	<i>Structure chimique des Lignosulfonates modifiés LSM</i>	40
Figure 2.2 :	<i>Structure chimique des polynaphtalènes sulfonates PNS</i>	40
Figure 2.3 :	<i>Structure chimique des polymélamines sulfonates PMS</i>	41
Figure 2.4 :	<i>Structure chimique des polycarboxylates PC</i>	41
Figure 2.5 :	<i>Schéma de la structure d'une pâte de ciment [34]</i>	42
Figure 2.6 :	<i>Isothermes d'adsorption d'un superplastifiant de type PNS sur les phases pures de ciment, eau/solide = 0,5 [38]</i>	42
Figure 2.7 :	<i>Potentiel zêta des particules de ciment en présence de Superplastifiant [43]</i>	43
Figure 2.8 :	<i>Schématique de l'adsorption et de la répulsion pour des particules de ciment [45]</i>	44
Figure 2.9 :	<i>Répulsion stériques selon plusieurs degrés d'adsorption [34]</i>	45
Figure 2.10:	<i>Variation de la fluidité d'un coulis pour plusieurs modes d'introduction [67]</i>	48
Figure 2.11:	<i>Influence de la quantité de superplastifiant sur l'étalement et la viscosité d'un béton [73]</i>	49
Figure 2.12:	<i>Effet du dosage en superplastifiant sur les paramètres rhéologiques [74]</i>	50
Figure 2.13:	<i>Effet du type de superplastifiant sur le seuil de cisaillement des pâtes de ciment [82]</i>	51
Figure 2.14:	<i>Quantité maximum des polystyrènes adsorbée [32]</i>	52
Figure 2.15:	<i>Variation du temps d'écoulement et de l'étalement en fonction du taux de substitution du ciment et du dosage en superplastifiant [95]</i>	57
Figure 2.16:	<i>Réduction de la demande en eau apportée par l'introduction de deux</i>	

	<i>cendres volantes 1 et 2 dans une formulation de béton [97]</i>	58
Figure 2.17:	<i>Évolution des propriétés rhéologiques des BAP en fonction de la surface spécifique de l'addition minérale [109]......</i>	59
Figure 2.18:	<i>Besoin en eau des mortiers CEM II – additions non adjuvantes en fonction du dosage en additions minérales (CA (Calcite), CP (Calcite Précipitée), QZ (Quartz), SF (Fumée de Silice)) [113].</i>	59
Figure 2.19:	<i>Effet de la fumée de silice sur la maniabilité d'un mortier [114]......</i>	60
Figure 2.20:	<i>Effet de la distribution granulaire de la fumée de silice sur la variation de la viscosité [116]</i>	61
Figure 2.21:	<i>Potentiel zêta du ciment Portland, ciment au laitier de haut fourneau et des cendres volantes en fonction de la concentration en sel [119].....</i>	62
Figure 2.22:	<i>Effets du type de l'addition minérale sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment [81]</i>	63
Figure 2.23:	<i>Variation de l'ouvrabilité d'un béton en fonction du pourcentage de fumée de silice pour différents rapports eau/liant [125]</i>	64
Figure 2.24:	<i>Effet du taux de substitution sur l'ouvrabilité du béton au laitier pour deux taux de verre [121]</i>	66
Figure 2.25:	<i>Influence de la surface spécifique du ciment sur le seuil de cisaillement [135]</i>	68
Figure 2.26:	<i>L'influence du laitier à haut fourneau et les fractions fine dans le ciment (C1) sur la viscosité plastique des pâtes avec et sans superplastifiant [137]</i>	69
Figure 2.27:	<i>Effet de la zéolite sur le seuil de cisaillement et la viscosité plastique des coulis en présence du superplastifiant [95]</i>	69
Figure 3.1 :	<i>Courbes granulométriques des matériaux utilisés</i>	72
Figure 3.2 :	<i>Courbe granulométrique du sable normal utilisé</i>	76
Figure 3.3 :	<i>Malaxeur</i>	79
Figure 3.4 :	<i>Mini cône</i>	79
Figure 3.5 :	<i>Dispositif du rhéomètre utilisé</i>	80
Figure 3.6 :	<i>Schéma descriptif du rhéomètre à mortier</i>	81
Figure 3.7:	<i>Balance électronique</i>	81
Figure 3.8:	<i>Profil de vitesse [142]</i>	83
Figure 3.9:	<i>Linéarisation des moments finaux en fonction de la vitesse de rotation.</i>	85
Figure 3.10:	<i>Schéma du cisaillement du mortier dans le récipient</i>	86
Figure 3.11:	<i>Variation de la contrainte de cisaillement et fonction de la vitesse de cisaillement. 10% FS, 0.2% PC</i>	88
Figure 3.12:	<i>Répétitivité des résultats de la viscosité plastique d'un mortier à la fumée de silice et du polycarboxylate.....</i>	89
Figure 3.13:	<i>Répétitivité des résultats de la viscosité plastique d'un mortier à la fumée de silice et du lignosulfonates</i>	89
Figure 3.14:	<i>Répétitivité des résultats du seuil de cisaillement d'un mortier à la fumée de silice et du polycarboxylates</i>	90
Figure 3.15:	<i>Répétitivité des résultats de la viscosité plastique d'un mortier à la fumée de silice et du lignosulfonates</i>	90
Figure 4.1 :	<i>Effet du superplastifiant sur les propriétés rhéologiques du mortier sans additions minéral</i>	94
Figure 4.2 :	<i>Variation de l'affaissement du mortier avec additions minérales et sans superplastifiants</i>	95

Figure 4.3 :	<i>Variation du seuil de cisaillement du mortier avec additions minérales et sans superplastifiants.....</i>	96
Figure 4.4 :	<i>Variation de la viscosité plastique du mortier avec additions minérales et sans superplastifiants.....</i>	96
Figure 4.5 :	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers au calcaire pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	100
Figure 4.6 :	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers au calcaire en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	100
Figure 4.7 :	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers au laitier pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	101
Figure 4.8 :	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers au laitier en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	101
Figure 4.9 :	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la pouzzolane naturelle pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	102
Figure 4.10:	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la pouzzolane naturelle en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	103
Figure 4.11:	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la fumée de silice pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	104
Figure 4.12:	<i>Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la fumée de silice en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	105
Figure 4.13:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers au calcaire pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	106
Figure 4.14:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers au calcaire en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	107
Figure 4.15:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers au laitier pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	107
Figure 4.16:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers au laitier en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	108
Figure 4.17:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers à la pouzzolane naturelle pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	109
Figure 4.18:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers à la pouzzoalne naturelle en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	109
Figure 4.19:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers à la fumée de silice pour différents types et dosages en superplastifiants.....</i>	110
Figure 4.20:	<i>Variation de la viscosité plastique des mortiers à la fumée de silice en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.....</i>	110
Figure 4.21:	<i>Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de calcaire et les deux superplastifiants.....</i>	116
Figure 4.22:	<i>Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de laitier et les deux superplastifiants.....</i>	117
Figure 4.23:	<i>Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de la pouzzolane naturelle et les deux superplastifiants.....</i>	118
Figure 4.24:	<i>Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de fumée de silice et les deux superplastifiants.....</i>	119
Figure 4.25:	<i>Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de calcaire (Christianto [155]).....</i>	121

Figure 4.26:	<i>Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de laitier (Grzeszczyk et Jnowska [137]).....</i>	122
Figure 4.27:	<i>Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de zéolite (Şahmaran [95]).....</i>	122
Figure 5.1 :	<i>Modèle de compacité [156]</i>	126
Figure 5.2 :	<i>Rôle du film d'eau sur l'ouvrabilité.....</i>	127
Figure 5.3 :	<i>Corrélation entre le seuil de cisaillement et l'épaisseur du film d'eau....</i>	132
Figure 5.4 :	<i>Corrélation entre le seuil de cisaillement et l'épaisseur du film d'eau effective.....</i>	132
Figure 5.5 :	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de calcaire et de superplastifiant PC.....</i>	135
Figure 5.6 :	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de calcaire et de superplastifiant LS.....</i>	136
Figure 5.7 :	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base du laitier et de superplastifiant PC.....</i>	137
Figure 5.8 :	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base du laitier et de superplastifiant LS.....</i>	138
Figure 5.9 :	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la pouzzolane naturelle et de superplastifiant PC.....</i>	139
Figure 5.10:	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la pouzzolane naturelle et de superplastifiant LS.....</i>	140
Figure 5.11:	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la fumée de silice et de superplastifiant PC.....</i>	141
Figure 5.12:	<i>Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la fumée de silice et de superplastifiant LS.....</i>	142
Figure 5.13:	<i>Film d'eau mince dû à la floculation des grains.....</i>	143
Figure 5.14:	<i>Film d'eau épais dû à une amélioration de la compacité par l'ajout d'une addition fine.....</i>	143
Figure 5.15:	<i>Film d'eau épais dû à une amélioration de la dispersion par l'ajout d'un superplastifiant.....</i>	144

Liste des tableaux

Tableau 1.1 :	<i>Définitions des viscosités [2]</i>	20
Tableau 1.2 :	<i>Modèles de comportement rhéologique des fluides [8,9]</i>	24
Tableau 1.3 :	<i>Comparaison entre différents rhéomètres à béton [14]</i>	29
Tableau 1.4 :	<i>Ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour différents types de Matériau</i>	30
Tableau 1.5 :	<i>Modèles de calcul du seuil de cisaillement</i>	36
Tableau 1.6 :	<i>Modèles de calcul de la viscosité</i>	37
Tableau 2.1 :	<i>Propriétés du béton autoplaçants en présence des fillers calcaires [125]</i>	65
Tableau 2.2 :	<i>Caractérisation des bétons d'étude à l'état frais. [129]</i>	66
Tableau 3.1 :	<i>Caractéristiques chimique, physique et mineralogique du ciment</i>	72
Tableau 3.2 :	<i>Caractéristiques chimique et physico-mecaniques du calcaire</i>	73
Tableau 3.3 :	<i>Caractéristiques chimique et physico-mecaniques du laitier</i>	74
Tableau 3.4 :	<i>Caractéristiques chimique et physico-mecaniques de la pouzzolane</i>	74
Tableau 3.5 :	<i>Caractéristiques chimique et physico-mecaniques de fumée de silice</i>	75
Tableau 3.6 :	<i>Caractéristiques physico-chimiques des superplastifiants</i>	75
Tableau 3.7 :	<i>Com positions des différents mortiers avec le superplastifiant (PC)..</i>	77
Tableau 3.8 :	<i>Compositions des différents mortiers le superplastifiant (LS)</i>	78
Tableau 3.9 :	<i>Procédure de malaxage et mode d'introduction de l'adjuvant</i>	82
Tableau 3.10:	<i>Calcul du taux de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour un mortier contenant 10% de fumée de silice et adjuvanté par 0.2% de polycarboxylate</i>	87
Tableau 4.1 :	<i>Résultats de l'affaissement et de l'étalement au mini cône (cm) du mortier avec différents taux de substitutions des additions minérales et dosages en superplastifiant</i>	98
Tableau 4.2 :	<i>Valeurs des coefficients de l'équation 4.1 trouvés pour chaque paramètre rhéologique et chaque mortier</i>	114
Tableau 4.3 :	<i>Effet de chaque coefficient sur les paramètres rhéologiques</i>	115
Tableau 4.4 :	<i>Coefficients de l'équation (4.1) trouvés pour chaque paramètre héologiques par corrélation avec d'autres travaux de recherche</i>	121
Tableau 5.1 :	<i>Evaluation de l'épaisseur du film d'eau effective selon le seuil de cisaillement pour un mortier à base de fumée de silice et adjuvanté par un polycarboxylate</i>	132
Tableau 5.2 :	<i>Résultats obtenus de la corrélation entre les paramètres .rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau effective</i>	134

Liste des symboles

dF :	Projection de la force de frottement tangentielle.
dS :	Surface élémentaire d'une couche cisailée.
τ :	Contrainte de cisaillement [Pa].
τ_0 :	Seuil de cisaillement [Pa].
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement [1/s].
μ :	Viscosité plastique [Pa.s].
A	l'affaissement du béton [mm].
Etal	L'étalement des BAP et MAP [mm].
ρ	Densité du béton.
ρg	gravité spécifique.
ϕ	Concentration volumique de solide.
ϕ_{\max}	Concentration maximale de solide.
ϕ^*	Concentration maximale de l'unité structurale.
μ_0	Viscosité de l'eau à 20°C.
$[\mu]$	Coefficient de viscosité intrinsèque (2,5 pour les sphères).
S_p	Teneur en superplastifiant.
S_p^*	Teneur en saturation de superplastifiant.
CaO	Oxyde de calcium
SiO ₂	Silice
Al ₂ O ₃	Alumine
Fe ₂ O ₃	Oxide de fer
MgO	Oxyde magnesium
Na ₂ O	Oxide de sodium
K ₂ O	Oxide de potassium
SO ₃	Trioxide de soufre
C ₃ S	Silicate tricalcique (Aalite)
C ₂ S	Silicate bicalcique (bélite)
C ₃ A	Aluminate tricalcique (célite)
C ₄ AF	Alumino-ferrite tétracalcique
PMS	Poly Mélamines Sulfonâtes
LS	Lignosulfonate
PC	Polycarboxylates
Ca(OH) ₂	Chaux
CSH	Silicates de calcium hydratés
LP	Calcaire (limestone powder)
BSF	Laitier (blast furnaces slag)
NP	Naturelle pouzzolane (natural pozzolan)
SF	Fumée de silice (silica fume)
c	Compacité
V_s	Volume absolu de la matière solide
V	Volume apparent des particules
P	Porosité
V_v	Volume des vides
e	L'indice des vides
ΔV_{ex}	Taux d'eau en excès
V_e	Volume d'eau en excès

SSS	Surface spécifique des particules solides
SSS'	Surface spécifique des particules solides effective
SS_c	Surfaces spécifiques du ciment
SS_d	Surfaces spécifiques de l'addition minérale
SS_a	Surfaces spécifiques des agrégats
α_c	Taux de volume occupé par le ciment
α_d	Taux de volume occupé par l'addition minérale
α_a	Taux de volume occupé par les agrégats
EFE	L'épaisseur du film d'eau
EFE''	L'épaisseur du film d'eau effective
AFm	<i>Monosulfo-aluminate</i>
AS	<i>Aminosulfonique</i>
PSS	<i>Polystyrène sulfonâé de sodium</i>
PM	<i>Poids moléculaire</i>
BAP	<i>Béton auto plaçant</i>
MAP	<i>Mortier auto plaçant</i>
BAN	<i>Béton autonivelant</i>
BHP	<i>Béton à hautes performances</i>

Table des Matières

Résumé.....	4
Abstract.....	4
Liste des figures	5
Liste des tableaux.....	9
Liste des symboles	10
Introduction générale	15

Chapitre 01

Notions de base sur la rhéologie des matériaux cimentaires

1.1. Introduction.....	18
1.2. Importance de l'étude rhéologique	18
1.3. Paramètres rhéologiques	19
1.3.1. Viscosité.....	19
1.3.2. Contrainte de cisaillement	20
1.3.3. Vitesse de cisaillement.....	20
1.3.4. Seuil de cisaillement	21
1.4. Différents comportements rhéologiques	22
1.4.1. Fluides newtoniens	22
1.4.2. Les fluides non-newtoniens	22
1.4.3. Thixotropie.....	24
1.5. Modèle du comportement rhéologique du béton.	25
1.6. Appareils de mesures rhéologiques	25
1.6.1. Rhéomètres agitateurs-malaxeurs	26
1.6.2. Rhéomètres à cylindres coaxiaux	27
1.6.3. Rhéomètre plan-plan.....	28
1.7. Comparaison des rhéomètres	29
1.8. Facteurs affectant la rhéologie des bétons	30
1.8.1. Effet du rapport eau-ciment	30
1.8.2. Effet du type de ciment.....	31
1.8.3. Effet des additions minérales	31
1.8.4. Effet des adjuvants.....	32
1.8.5. Effet des fibres	33
1.8.6. Effet du temps	33
1.8.7. Effet de la température.....	34
1.9. Phénomènes perturbateurs	34
1.9.1. Dimensions du rhéomètre	35
1.9.2. Glissement aux parois	35
1.9.3. Evaporation	35
1.9.4. Sédimentation et migration	35
1.10. Modèles de prévision des paramètres rhéologiques du béton.....	35
1.11. Conclusion	37

Chapitre 02

Rhéologie des matériaux cimentaires en présence de diverses additions

2.1. Introduction.....	39
2.2. Additions organiques	39
2.2.1. Type des superplastifiants.....	39
2.2.1.1. Lignosulfonates modifiés (LSM)	40
2.2.1.2. Polynaphtalènes sulfonates (PNS) et polyméamines sulfonates (PMS).....	40
2.2.1.3. Superplastifiants à base de carboxylates (PC).....	41
2.2.2. Action des superplastifiants sur les matériaux cimentaires	41
2.2.2.1. Adsorption.....	41
2.2.2.2. Dispersion par répulsion électrostatique	43
2.2.2.3. Dispersion par effet stérique	44
2.2.2.4. Effet sur l'hydratation du ciment	45
2.2.3. Effet du superplastifiant sur la rhéologie	47
2.2.3.1. Effet du mode d'introduction	47
2.2.3.2. Effet du dosage en superplastifiant	48
2.2.3.3. Effet du type de superplastifiant.....	50
2.2.3.4. Effet du poids moléculaire du superplastifiant.....	51
2.3. Additions minérales	53
2.3.1. Types d'additions minérales	53
2.3.1.1. Fillers calcaires.....	53
2.3.1.2. Laitier granulé des hauts fourneaux	54
2.3.1.3. Pouzzolane naturelle.....	55
2.3.1.4. Fumée de silice.....	55
2.3.1.5. Cendres volantes	56
2.3.2. Action des additions minérales sur les matériaux cimentaires	56
2.3.2.1. Effet de la densité de l'addition.....	57
2.3.2.2. Effet de la morphologie.....	57
2.3.2.3. Effet de la surface spécifique	58
2.3.2.4. Effet de la distribution granulaire.....	60
2.3.2.5. Effet du potentiel Zêta.....	61
2.4. Effet des additions minérales sur la rhéologie	62
2.4.1. Effet du type de l'addition	62
2.4.2. Effet du taux de substitution	64
2.4.3. Effet du taux de verre.....	66
2.5. Effet combinés superplastifiant- additions minérales	67
2.6. Conclusion	69

Chapitre 03

Matériaux et méthodes d'essais

3.1. Introduction.....	71
3.2. Matériaux utilisés.....	71
3.2.1. Ciment.....	71
3.2.2. Additions minérales	71
3.2.2.1. Calcaire (LP)	73
3.2.2.2. Laitier (BFS)	73
3.2.2.3. Pouzzolane (NP).....	74
3.2.2.4. Fumée de silice (SF).....	74
3.2.3. Superplastifiant	75

3.2.4. Sable.....	75
3.2.5. Eau de gâchage	76
3.3. Compositions des mortiers de ciment	76
3.4. Matériels utilisés	79
3.4.1. Malaxeur	79
3.4.2. Mini Cône	79
3.4.3. Rhéomètre à mortier.	79
3.4.4. Autres accessoires.....	81
3.5. Préparation des mortiers	82
3.6. Essai au mini cône	82
3.7. Essai au rhéomètre	83
3.7.1. Profil de vitesse imposée.	83
3.7.2. Déroulement de l'essai.....	84
3.7.3. Mesure des paramètres rhéologiques	84
3.8. Répétitivité des essais	88
3.9. Conclusion	91

Chapitre 04

Analyse et discussion des résultats

4.1. Introduction.....	93
4.2. Effet du type et dosage de superplastifiant	93
4.3. Effet des additions minérales	94
4.4. Effet combiné des additions minérales et organiques.....	97
4.4.1. Ouvrabilité	97
4.4.2. Seuil de cisaillement	98
4.4.3. Viscosité plastique	105
4.5. Discussion des résultats	111
4.6. Modélisation des paramètres rhéologiques.....	113
4.7. Conclusion	123

Chapitre 05

Effet de l'épaisseur du film d'eau sur le comportement rhéologique

5.1. Introduction.....	125
5.2. Compacité du squelette granulaire.....	125
5.3. Epaisseur du film d'eau	127
5.4. Effet de l'épaisseur du film d'eau sur la rhéologie	127
5.5. Détermination de l'épaisseur du film d'eau	129
5.5.1. Surface spécifique effective.....	130
5.5.2. Effet du superplastifiant.....	130
5.6. Application du principe de l'épaisseur du film d'eau effective.....	131
5.7. Généralisation du principe de l'épaisseur du film d'eau effective	133
5.8. Discussion des résultats	143
5.9. Conclusion	145
Conclusions Générales.....	147
Références Bibliographiques	151

Introduction générale

L'emploi de certaines additions minérales et organiques dans la confection du béton contribue à une accélération du processus d'hydratation du ciment. La cinétique d'hydratation se trouve modifiée en avançant l'apparition du deuxième pic et en augmentant la chaleur totale dégagée. En plus de la complexité de l'hydratation d'un ciment ordinaire, il vient s'ajouter l'interférence de la réaction des additions minérales avec celle du ciment. Ceci engendre une modification de certaines propriétés du ciment à savoir le temps de prise, l'apparition des microfissures et l'évolution des résistances mécaniques au très jeune âge. L'incorporation de ces additions minérales entraîne également une modification de la distribution granulaire, l'apparition de nouveaux sites de nucléation et une nouvelle activité des surfaces des grains. Ceci nécessite le malaxage avec des superplastifiants qui viennent défloculer les grains et améliorer l'ouvrabilité du béton. Ces modifications des propriétés physico-chimiques des composants du béton dues à des additions minérales et organiques affectent directement les propriétés rhéologiques du béton frais et ses composants. En effet, cela peut conduire à une mise en place « facile » ou « difficile » du béton, en particulier si le procédé de pompage est utilisé.

Pour un souci écologique, il est plus qu'important de formuler des "éco-bétons" en se basant principalement sur des matériaux locaux et disponibles (naturels ou issus des déchets industriels) tels que : le laitier des hauts fourneaux, la pouzzolane naturelle, la fumée de silice et le calcaire. De plus en plus ces matériaux sont employés dans l'industrie cimentaire et par conséquent, leur contribution doit être quantifiée. Cela fera l'objet de ce travail de recherche. On vise à quantifier les modifications des propriétés rhéologiques des composants du mortier et des propriétés rhéologiques apportées par les additions minérales et organiques dans ces éco-ciments. Le travail expérimental est entamé sur des mortiers normalisés où le ciment ordinaire est substitué partiellement par différentes additions minérales telles que la fumée de silice, le laitier des hauts fourneaux, la pouzzolane naturelle et le calcaire. Avec l'eau de gâchage, on a ajouté plusieurs types de superplastifiants avec différents dosages où les paramètres rhéologiques du mortier ont été mesurés respectivement par un mini cône et un rhéomètre. Dans ce contexte, Cette étude comporte quatre chapitres distincts.

Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique sur les notions de base du comportement rhéologique des matériaux cimentaires au jeune âge. On présente un rappel théorique sur la rhéologie en général et les paramètres rhéologiques concernant les différents types de comportement d'un fluide ainsi que les principaux rhéomètres utilisés pour la détermination des constantes rhéologiques du ciment et du béton.

Ensuite on présente, dans le chapitre 2, une synthèse de travaux et de résultats portant sur l'effet des adjuvants chimiques et les additions minérales sur les propriétés rhéologiques et la stabilité des matériaux cimentaires.

Ce chapitre sera suivi d'un troisième chapitre qui présente une description détaillée des matériaux et du matériel utilisés en donnant un aperçu sur les techniques expérimentales ainsi que la préparation des mélanges et les variables à étudier.

Le quatrième chapitre est consacré à l'analyse et la discussion des résultats obtenus. Des commentaires avec une comparaison avec d'autres résultats montrent clairement l'effet de la rhéologie des matériaux cimentaires en présence des additions minérales et organiques. Cet effet a été couronné par une relation exprimant l'apport de ces additions au mortier témoin.

Dans le dernier chapitre, les résultats expérimentaux du comportement rhéologique du mortier sont analysés en fonction de l'épaisseur du film d'eau entourant les grains solides. Il s'avère que l'effet direct des additions minérales sur la compacité du mélange apporte un effet bénéfique à la rhéologie. De cela, des coefficients de correction sont introduits dans l'expression de l'épaisseur du film d'eau et ils ont abouti à des relations largement satisfaisantes dans la plupart des cas étudiés.

Enfin, une conclusion et des recommandations sont données afin de poursuivre le travail dans cet axe de recherche.

Chapitre 01

*Notions de base sur la rhéologie des
matériaux cimentaires*

1.1. Introduction

La rhéologie est l'étude du changement de la forme et de l'écoulement d'une mixture. Elle donne une meilleure définition des propriétés d'écoulement des matériaux cimentaires et fournit les grandeurs rhéologiques fondamentales (seuil d'écoulement, viscosité plastique) qui permettent de tracer des courbes d'écoulement caractéristiques des différents types de mélanges [1]. L'étude des phénomènes physiques mis en jeu, dans l'étude des écoulements des mortiers et bétons revêt une importance particulière dans le domaine de la rhéologie. De telle approche, a pour but d'expliquer et d'analyser les propriétés rhéologiques macroscopiques du béton frais à partir du comportement des phases constitutives. L'organisation de ces différentes phases telles que la viscosité du fluide suspendant, la forme et la taille des grains solides ainsi que leurs activités régissent le comportement rhéologique global de l'écoulement des matériaux cimentaires.

1.2. Importance de l'étude rhéologique

Bien que les propriétés du béton à l'état durci soient plus évoquées pour les bétons d'aujourd'hui, il s'avère que si un béton ne peut pas être mis en place correctement, ses propriétés désirées ne seront pas obtenues. Pour chaque application, les caractéristiques requises pour le béton frais sont différentes et définissent si un béton a de bonnes propriétés à l'état frais telles que les besoins de finition, de mise en place, de pompabilité, de résistance à la ségrégation etc... Aujourd'hui, le développement des nouveaux bétons intensifie le besoin de caractériser encore mieux le comportement du béton et son écoulement. De nombreux ajouts cimentaires et adjuvants organiques ont fait leur apparition et viennent apporter des modifications importantes au béton. L'importance de la maniabilité et de sa mesure ont pris du même coup une importance primordiale. Auparavant, un béton plus fluide était automatiquement associé aux problèmes de ségrégation et une faible résistance à la compression. De nos jours, il est maintenant possible de produire un béton très fluide ayant d'excellentes propriétés mécaniques.

Les tests empiriques conventionnels ne suffisent plus pour certains cas à bien caractériser le comportement lors de l'écoulement et de la mise en place du béton frais. Le développement de nouveaux appareils basés sur une approche plus fondamentale et

rhéologique donne des résultats plus adéquats et reflète bien l'aptitude physique du matériau à se déplacer sous son propre poids.

1.3. Paramètres rhéologiques

1.3.1. Viscosité

On considère idéalement un liquide au repos comme un ensemble de couches moléculaires parallèles soumise à une contrainte tangentielle. Si une des couches du liquide se déplace par rapport à celle qui lui est sous-jacente (figure 1.1), en raison du frottement permanent sur les molécules de la seconde couche, le mouvement est transmis partiellement à cette dernière en même temps que la vitesse de déplacement de la première couche diminue. Cet effet de retard, provoqué par la friction interne des molécules de la couche sous-jacente sur celle de la couche supérieure, est appelé viscosité μ [Pa.s]. Donc, la viscosité peut être définie comme la résistance à l'écoulement d'un système soumis à une contrainte tangentielle. Elle est caractérisée par un coefficient de viscosité qui joue un rôle essentiel dans la rhéologie des fluides. Pour certains fluides, sa connaissance suffit à caractériser de façon précise son comportement rhéologique [1]. Il existe quatre types de viscosité énumérés dans le tableau 1.1 [2].

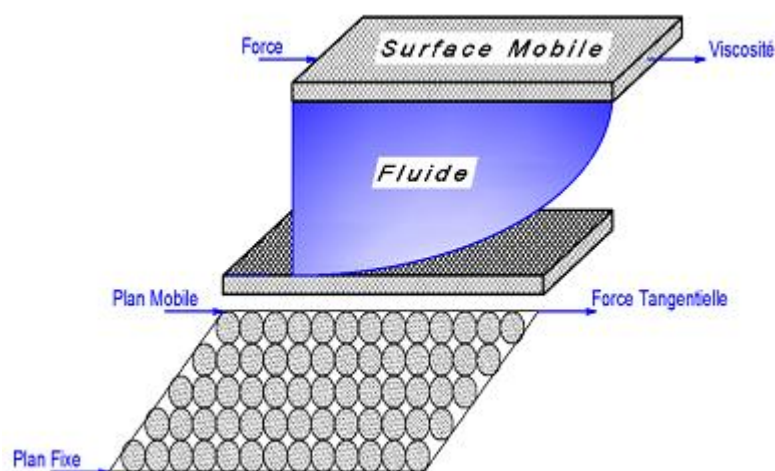


Figure 1.1 : Schéma glissement des couches.

Tableau 1.1 : Définitions des viscosités [2]

Type de viscosité	Définition	Expression	Dépendance
Viscosité dynamique η	Résistance au mouvement due aux frottements moléculaires internes, résistance que les molécules de ce fluide opposent aux forces de dissociation et au mouvement	Pour un fluide idéal, la loi de Newton donne: $\tau = \eta \dot{\gamma}$ (Pa.s) Pour les fluides dits non-Newtoniens la grandeur est la viscosité apparente	Essentiellement de la cohésion et du taux de transfert de quantité de mouvement entre les molécules
Viscosité cinétique ν	Doit son origine à l'utilisation des viscosimètres capillaires utilisant le temps d'écoulement sous l'effet de la pesanteur, qui intègre la masse spécifiques de la substance	Temps d'écoulement $\nu = \eta / \rho$ avec ρ la densité du liquide et η sa viscosité (en stokes ou m^2/s)	De la densité du liquide et de sa viscosité
Viscosité relative η_R	Correspond au rapport de la viscosité dynamique de cette solution sur la viscosité dynamique du solvant	$\eta_R = \eta / \eta_s$	
Viscosité spécifique η_{sp}	Correspond à la viscosité d'une dispersion colloïdale diluée de particules sphériques	$\eta_{sp} = \eta_R - 1$	

1.3.2. Contrainte de cisaillement

Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, les couches sont animées d'un mouvement relatif les unes par rapport aux autres. Il en résulte l'apparition de contraintes τ [Pa], qui s'exerce tangentiellement à la surface de la couche [3]. Donc, on peut dire que la contrainte de cisaillement est la force que l'on exerce par unité de surface du fluide:

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad (1.1)$$

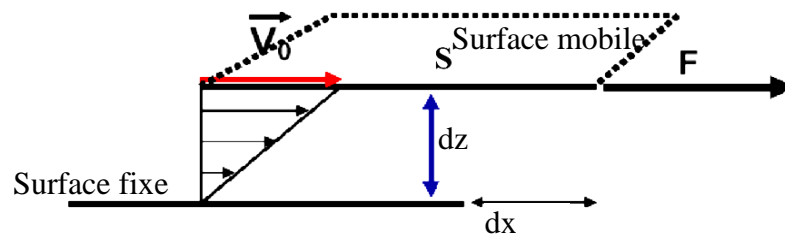
Où:

dF : projection de la force de frottement tangentielle.

dS : surface élémentaire d'une couche cisailée.

1.3.3. Vitesse de cisaillement

Considérons un matériau comme un ensemble de couches moléculaires parallèles, emprisonné entre deux plans parallèles de surface S (séparés d'une distance dz). Un des plans est fixe, et le second est déplacé d'une distance dx à une vitesse constante de norme V_0 (figure 1.2).

**Figure 1.2 : Schéma de vitesse de cisaillement.**

Sous l'effet de la force tangentielle, la première couche moléculaire se déplace à la même vitesse. Les couches inférieures vont se mouvoir dans la même direction mais avec des vitesses de plus en plus petites. Il se crée un *gradient de vitesse* entre les deux plans. Le déplacement entre les deux plans est défini comme *la déformation*, symbole γ suivant la relation:

$$\gamma = \frac{dx}{dz} \quad (1.2)$$

La norme du gradient de vitesse constant dans tout l'échantillon est définie comme la vitesse de cisaillement, appelée également vitesse de déformation ou taux de cisaillement. Il s'agit de la vitesse de déformation entre deux couches successives voisines du fluide cisailé. Elle est souvent présentée comme étant la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement. [1]

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{d}{dt} \left(\frac{dx}{dz} \right) = \frac{d}{dz} \left(\frac{dx}{dt} \right) = \frac{dv}{dz} \quad (1.3)$$

1.3.4. Seuil de cisaillement

Le seuil de cisaillement τ_0 est défini comme étant la contrainte de cisaillement minimale à atteindre pour qu'un fluide soumis à une déformation de cisaillement s'écoule. En dessous de cette valeur, cette mixture se comporte comme un pseudo-solide (pas de déformations permanentes). De Larrard et *al.* [4] ont considéré que le seuil de cisaillement τ_0 [Pa] est la manifestation macroscopique du frottement entre les grains composant le squelette granulaire du béton y compris les grains de ciment et les particules ultrafines (figure 1.3).

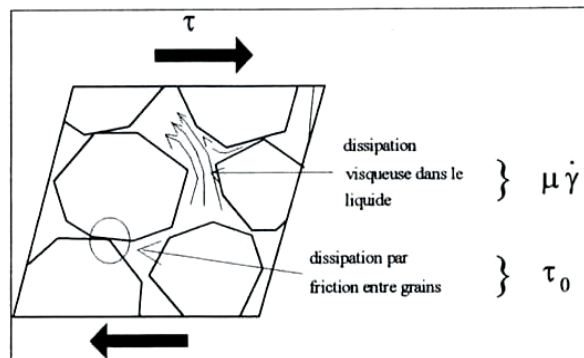


Figure 1.3 : Contributions de la phase solide et de la phase liquide à la résistance au cisaillement du béton [4].

1.4. Différents comportements rhéologiques

Il existe plusieurs types de comportements rhéologiques qui se divisent en deux grandes familles : les fluides newtoniens et les fluides non- newtoniens.

1.4.1. Fluides newtoniens

Un fluide est dit newtonien lorsque les gradients de vitesse de sa déformation en mouvement sont linéairement proportionnels aux contraintes de cisaillement appliquées (Figure 1.4), d'où on peut écrire la relation qui décrit son comportement rhéologique comme suit:

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (1.4)$$

Avec :

τ la contrainte de cisaillement [Pa] μ la viscosité [Pa.s]
 $\dot{\gamma}$ le taux de cisaillement [1/s]

1.4.2. Les fluides non-newtoniens

Un fluide est dit non newtonien lorsque le tenseur des contraintes visqueuses n'est pas une fonction linéaire du tenseur des taux de déformation. Dans la famille des fluides non-newtoniens, on distingue plusieurs comportements tels que les fluides à seuil (Binghamien), les rhéofluidifiants, les fluides rhéoépaississants, etc... [5]

a) Fluide Binghamien :

Ces types de fluides sont les plus simples des fluides anormaux caractérisés par leur comportement rhéologique particulier. Tandis qu'un fluide newtonien s'écoule sous l'action d'une force de cisaillement infiniment faible, un fluide Binghamien exige une force minimale pour provoquer son écoulement (figure 1.4) [6]. Pour des forces inférieures à ce seuil, la mixture se comporte comme un solide. On appelle limite d'écoulement, ou résistance au cisaillement, ou seuil de rigidité, la tension de cisaillement à laquelle le fluide commence à s'écouler. Un fluide Binghamien se comporte ensuite comme un fluide normal. Il répond donc à l'équation ci-dessous:

$$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma} \quad (1.5)$$

Avec :

τ_0 et μ représentent respectivement le seuil de cisaillement et le coefficient de viscosité.

Généralement, les coulis de ciment, les mortiers et les bétons ont approximativement le comportement d'un fluide Binghamien, avec un seuil de cisaillement τ_0 , et une viscosité μ [7].

b) Fluide rhéofluidifiant :

Le fluide rhéofluidifiant, appelé pseudo-plastique, est représenté par un rhéogramme dont la concavité est tournée vers le bas. Pour ces fluides la viscosité décroît lorsque le cisaillement augmente. Ainsi, le liquide devient moins visqueux et donc plus fluide lorsque le cisaillement augmente (figure 1.4).

c) Fluide rhéoépaississant :

Le fluide rhéoépaississant, appelé dilatant, est représenté par un rhéogramme dont la concavité est tournée vers le haut. Ainsi, le liquide devient plus visqueux et donc plus épais lorsque le cisaillement augmente (figure 1.4).

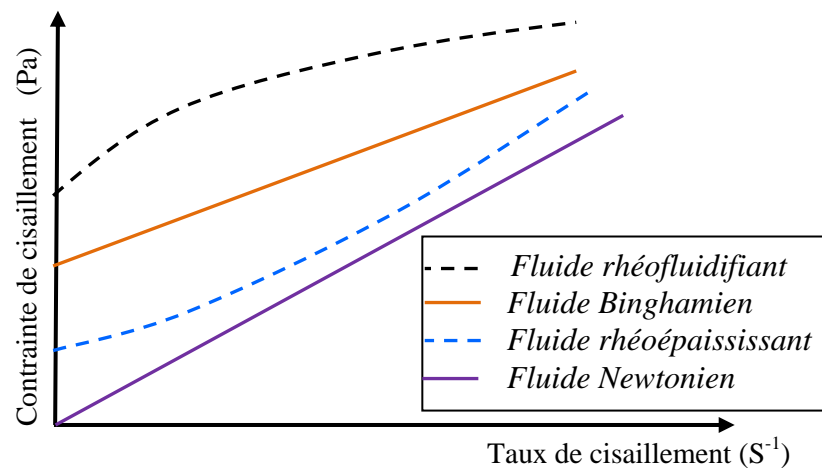


Figure 1.4 : Les comportements rhéologiques des fluides.

d) Modèles rhéologiques de base :

Plusieurs chercheurs ont ajusté les modèles rhéologiques de base pour les calibrer avec leurs fluides étudiés. Les modèles de comportement rhéologique des fluides sont consignés dans le tableau 1.2.

Tableau 1.2 : Modèles de comportement rhéologique des fluides
[8,9].

Auteur	Loi de comportement
Newton (1687)	$\tau = \mu \dot{\gamma}$
Bingham (1922)	$\tau = \tau_0 + \mu \dot{\gamma}$
Herschel Berkley (1926)	$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n$
Ostwald(1925)	$\tau = A\dot{\gamma}^n$
Von-berg	$\tau = \tau_0 + b \sinh^{-1}(\dot{\gamma} / c)$
Sisko	$\tau = a\dot{\gamma} + b\dot{\gamma}^c$
Robertson-Sttif	$\tau = A(\dot{\gamma} + B)^c$
Eyring	$\tau = a \sinh(b \dot{\gamma})$

τ : contrainte de cisaillement [Pa]

μ : viscosité [Pa.s]

$\dot{\gamma}$: le taux de cisaillement [1/s]

1.4.3. Thixotropie

La thixotropie est caractérisée par une diminution réversible de la viscosité apparente lors d'une sollicitation à vitesse constante. Cette propriété est généralement caractéristique des suspensions floculées. Elle est liée à la destruction progressive des flocs sous cisaillement. Les rhéogrammes de telles suspensions présentent une boucle d'hystérésis, c'est à dire que la courbe de montée en cisaillement ne coïncide pas avec la courbe de descente (figure 1.5) [7].

Dans le cas des matériaux cimentaires, on a une suspension que l'on peut assimiler généralement à un corps de Bingham. Bien que plusieurs études du comportement rhéologique des matériaux cimentaires aient été effectuées, il est encore difficile de donner une définition exacte des propriétés de ces derniers à cause de la multitude des facteurs qui influencent ce comportement rhéologique [10].

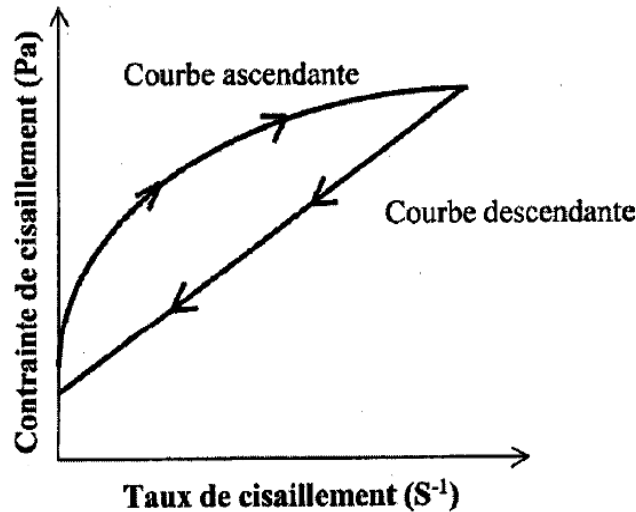


Figure 1.5 : Comportement d'un corps thixotropique [10].

1.5. Modèle du comportement rhéologique du béton.

De nombreux auteurs ont montré que le comportement rhéologique du mortier ou du béton à l'état frais est bien représenté par celui des fluides de Bingham [4, 7,11]. Dans ce cas, le comportement du béton à l'état frais est complètement décrit via deux paramètres: le seuil de cisaillement (τ_0) et la viscosité plastique (μ). En effet, pour mettre le béton à l'état frais en mouvement, un effort minimal équivalent au seuil de cisaillement doit être fourni. Une fois le mouvement amorcé, la force requise pour déformer le béton est directement proportionnelle au taux de cisaillement appliqué, ce taux étant relié à la viscosité plastique du matériau. La loi de comportement rhéologique du béton peut s'écrire par l'expression 1.5. Le terme τ_0 apparaît comme la contribution de la phase solide et le terme $\mu \cdot \dot{\gamma}$ comme celle de la phase liquide comme c'est illustré sur la figure 1.3.

1.6. Appareils de mesures rhéologiques

Différentes techniques sont employées et préconisées par les normes pour évaluer le comportement rhéologique des coulis et des bétons. Certaines sont implicites et faciles à utiliser sur chantier et d'autres nécessitent des appareils de pointe pour évaluer les constantes rhéologiques avec précision. Il existe actuellement plusieurs types d'appareils, appelés rhéomètres, qui permettent de mesurer les paramètres rhéologiques du béton. Dans ce contexte, on présente quelques rhéomètres qui sont validés et utilisés pour évaluer les paramètres rhéologiques dans certains travaux de recherche.

1.6.1. Rhéomètres agitateurs-malaxeurs

Le premier rhéomètre à bétons fut créé en 1987, il s'agit du Two-point-test [12]. Cet appareil est en fait un malaxeur instrumenté qui permet de déterminer la relation entre le couple de malaxage et la vitesse de rotation de la pale. Le principe de l'appareil a été modifié en changeant la géométrie de l'agitateur où deux versions ont été développées ; le MK2 et le MK3.

Le MK2, plus connu sous le nom de "two-point test" ou appareil de Tattersall, il est conçu pour les bétons de grandes maniabilités (affaissements supérieurs à 75 mm au cône d'Abrams). L'agitateur de forme cylindrique est garni de pales de forme hélicoïdale ininterrompue. Cette configuration permet de créer un mouvement ascendant pour lutter efficacement contre la tendance naturelle du béton à la sédimentation. La cuve est également munie de pales parallèles à son axe pour éviter le glissement aux parois. Le béton dans la cuve est cisailé de manière concentrique. Malgré les imperfections et sa taille gigantesque comparée aux nouveaux rhéomètres, "le plus ancien" et "le plus célèbre" two-point test reste l'un des appareils les plus utilisés en laboratoire.

Le MK3 est utilisé pour les bétons de faibles maniabilités (affaissements inférieurs à 50 mm). L'agitateur en forme de H (figure 1.6) effectue lors des essais un mouvement planétaire. Ce mouvement permet de conserver l'échantillon homogène lors des essais.

Beaupré [13] a repris la configuration de MK3 pour construire "UBC rheometer". Cet appareil est complètement automatisé et commercialisé sous le nom de IBB (figure 1.7). Les vitesses et les couples sont mesurés et enregistrés automatiquement, sur l'ordinateur à l'aide d'un capteur de vitesse et d'une cellule de charge placée sur l'arbre principal. Le seuil de cisaillement et la viscosité plastique sont donnés directement par l'appareil en unité machine, c'est-à-dire respectivement en (N.m) et (N.m.s). Il peut mesurer les paramètres rhéologiques de divers bétons jusqu'à des affaissements de 25 mm.



Figure .1.6: *Rhéomètre Two-point-test* [12].

Figure 1.7 : *Rhéomètre à béton IBB* [13]

1.6.2. Rhéomètres à cylindres coaxiaux

Le principe de l'appareil de Tattersall a été modifié par Wallevik et Gjørsv en développant le rhéomètre BML (building material learning) (figure 1.8) [14]. C'est un rhéomètre à cylindres coaxiaux. Le cylindre intérieur est fixe tandis que le cylindre extérieur tourne autour de l'axe à une vitesse angulaire fixe. Les cylindres sont munis de redans parallèles à leur axe. Cette configuration permet une meilleure adhérence du matériau aux outils et limite le glissement à la surface des cylindres.

La géométrie de ce rhéomètre permet de développer facilement les équations et de déterminer les paramètres rhéologiques en unités fondamentales. Le pilotage (vitesse de rotation, protocole opératoire), l'acquisition des résultats de mesures (couple et vitesse de rotation) et le calcul des résultats bruts sont entièrement automatisés et réalisés en temps réel à l'aide d'un logiciel spécifique. La consommation de béton est relativement importante au cours d'un essai (17 litres).

Le Rhéomètre du Cemagref [15] est un rhéomètre à cylindres coaxiaux avec une rotation du cylindre interne contrairement au BML. Il a été utilisé à l'origine dans le domaine de la géotechnique, plus précisément dans la mesure rhéologique des boues et des laves torrentielles. Il nécessite une quantité remarquable de béton par rapport aux autres rhéomètres (500 litres). La large dimension de ce type de rhéomètre (entrefer d'environ 20cm entre les deux cylindres coaxiaux) permet d'étudier des suspensions ayant des particules de grandes tailles (figure 1.9). Cet avantage est aussi un inconvénient, car il

engendre une localisation et une migration importante. La quantité de béton à fabriquer est importante pour effectuer un essai.



Figure 1.8 : *Rhéomètre BML.*



Figure 1.9 : *Rhéomètre à béton du Cemagref.*

1.6.3. Rhéomètre plan-plan

Le BT Rhéom [16] est un rhéomètre développé par le LCPC au début des années 1990. Un outil plan-plan est inséré dans ce rhéomètre sachant que le plan supérieur est en rotation alors que le plan inférieur est fixe (figure 1.10). Il peut contenir 7 litres de béton environ. L'avantage de ce rhéomètre est que les paramètres rhéologiques sont calculés et obtenus directement en unité fondamentale. Il n'est pas nécessaire de calibrer l'appareil. Il est donc le seul rhéomètre susceptible de mesurer la viscosité plastique d'un béton. Les inconvénients sont liés à la géométrie de mesure qui entraîne une usure du joint d'étanchéité (à changer lors de chaque essai), de la mise en place et de la difficulté d'utilisation de ce rhéomètre.



Figure 1.10 : Rhéomètre à béton BT Rhéom.

1.7. Comparaison des rhéomètres

Le tableau.1.3 présente une comparaison des principaux rhéomètres à bétons existants. Récemment, plusieurs campagnes d'essais ont été effectuées pour comparer les différents rhéomètres (BML, BTRhéom, IBB, Cemagref-IMG et le Two Point Test) [17]. L'étude consiste à réaliser 17 bétons dont la majorité des bétons autoplaçants et 5 mortiers autoplaçants. Les résultats de cette investigation sont présentés sur la figure 1.11.

Tableau 1.3. Comparaison entre différents rhéomètres à béton [14].

Rhéomètre	Géométrie de mesure	Contenance (en L)	Type de bétons mesurés
Two-point test	Outil-mélangeur	10	Aff > 100 mm
BML	Cylindres coaxiaux	17	Pate de ciment,BAPs,BO
BTRhéom	Plan-plan	7	Aff > 100 mm
Cemagref	Cylindres coaxiaux	500	-
IBB	Mélangeur planétaire en H	21	Aff > ou égal à 20mm

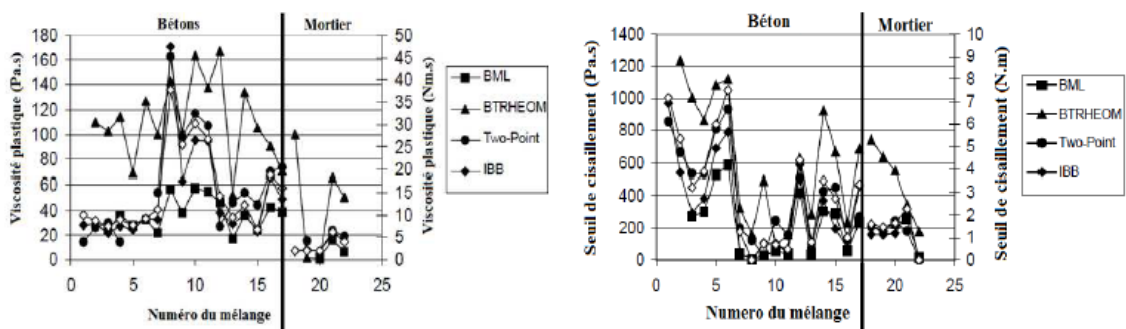


Figure 1.11 : Valeurs de viscosités plastiques et seuils de cisaillement identifiés sur des bétons et mortiers étudiés avec différents appareils [17].

Ces études ont conclu que les viscosités plastiques et les seuils de cisaillement varient fortement selon le rhéomètre utilisé. Néanmoins, les résultats suivent globalement la même variation et tous les rhéomètres ont donné le même classement des bétons vis-à-vis de leur viscosité plastique. Toutefois, les valeurs absolues des paramètres rhéologiques peuvent varier d'un facteur supérieur à 2.

1.8. Facteurs affectant la rhéologie des bétons

Comme toutes les caractéristiques du béton, ses paramètres rhéologiques dépendent fortement de sa composition et des propriétés physico-chimiques de ses composants. Le tableau 1.4 présente des ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour pâte, mortier et béton [15,18].

Tableau 1.4 : Ordres de grandeur des paramètres rhéologiques pour différents types de Matériau

Paramètres	Pâte	Mortier	BAP	Béton fluide	Béton ordinaire
Seuil de cisaillement τ (Pa)	10-100	80-100	50-200	100-400	500-2000
Viscosité plastique μ (Pa.s)	0,01-1	1-3	20-100	20-100	50-100

1.8.1. Effet du rapport eau-ciment

Normalement, l'augmentation du rapport E/C diminue le seuil de cisaillement et la viscosité plastique [19]. Les auteurs qui ont noté cet effet ont souvent réalisé une gâchée de béton à un faible rapport E/C et par la suite ajouté successivement des quantités d'eau. La quantité de pâte de ciment n'est donc pas constante lors que le rapport E/C varie. Effectivement, le seuil de cisaillement et la viscosité diminuent avec l'augmentation du rapport E/C. La figure 1.12 montre l'influence du rapport E/C sur les paramètres rhéologiques du béton [20].

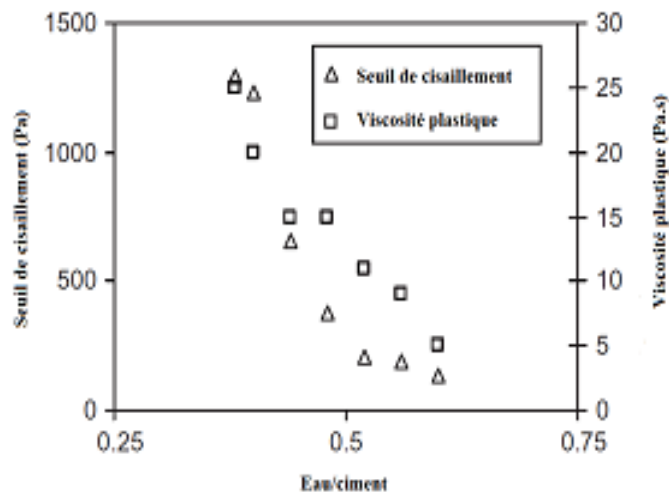


Figure 1.12 : Effet du rapport E/C sur les paramètres rhéologiques des bétons [20]

1.8.2. Effet du type de ciment

L'influence de la composition du ciment Portland sur les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires a été largement étudiée. Beaupré et Mindess [21] ont effectué des essais avec trois types de ciment. Quand tous les autres paramètres sont constants, un mélange fabriqué avec du ciment type 50 montre le plus faible seuil de cisaillement; un mélange fait avec du ciment type 10 avec de la fumée de silice montre le plus grand seuil de cisaillement et un mélange fait avec du ciment type 10 présente un seuil de cisaillement compris entre les deux précédents. Généralement ces résultats donnent une viscosité plastique pratiquement constante. Asakusa et *al.* [22] ont constaté que la viscosité des pâtes de ciment augmente sensiblement dans le ciment ayant un faible rapport C_3S/C_2S ou C_3A/C_4AF lorsqu'un superplastifiant de PNS est employé.

1.8.3. Effet des additions minérales

Les additions minérales engendrent des modifications significatives sur les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires à l'état frais et durci. A l'état frais, la présence des additions minérales modifie la structure du squelette granulaire et les frictions entre les composants solides dans la phase liquide. Au cours de la prise et du durcissement, les particules des additions minérales interagissent dans le processus d'hydratation du ciment en modifiant la structure des produits hydratés. En plus, certaines additions peuvent réagir chimiquement en milieu cimentaires pour former de nouveaux produits hydratés qui présentent un caractère liant supplémentaire. Zhang et Han [23] étudient l'effet des

additions ultrafines sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment et constatent que le seuil de cisaillement augmente avec la quantité d'addition ultrafine incorporée tandis que la viscosité de la pâte varie avec la nature et la quantité d'addition. Lorsque le taux de substitution du ciment par des additions de fumée de silice, cendres volantes ou calcaires est inférieur à 15%, la viscosité de la pâte est remarquablement réduite. Ceci n'a pas été noté pour les additions de laitier.

1.8.4. Effet des adjuvants

Dans une étude du temps d'introduction des superplastifiants sur les propriétés rhéologique des pâtes de ciment, il a été constaté que les superplastifiants à base de naphthalène et de mélamine augmentent les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment à court et à long termes et que la réduction de la viscosité plastique et le seuil de cisaillement dépendent de la composition du ciment et du temps d'introduction du superplastifiant. Ismail Aiad [24] a estimé le temps optimal entre 10 à 15 min après le début du malaxage. Golaszewski et Szwabowski [11] ont montré que le type de superplastifiant a une grande influence sur le comportement rhéologique des mortiers de ciment à l'état frais et que les superplastifiants à base de polycarboxylate étaient plus efficaces que les superplastifiants à base de naphthalène. Le type de superplastifiant utilisé et sa structure moléculaire influence l'état rhéologique des pâtes de ciments. Bjornstrom et Chandra[25] ont mis en évidence l'action de plusieurs types de superplastifiant sur les paramètres rhéologiques où l'action des polycarboxylates est très significative comme l'illustre la figure 1.13.

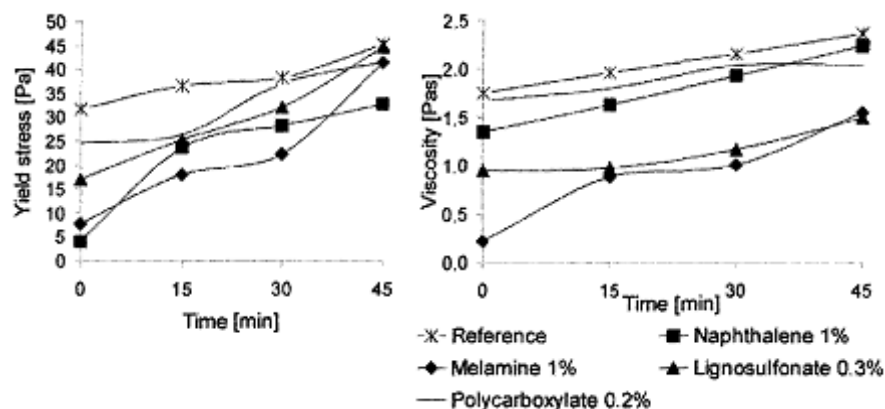


Figure 1.13 : Variation du Seuil de cisaillement et de la viscosité d'une pâte de ciment en fonction du temps confectionnée avec différents types de superplastifiant [25].

1.8.5. Effet des fibres

Les études de l'effet de l'ajout de fibres sur la rhéologie du béton frais montrent que le comportement des bétons est Binghamien. Ses résultats montrent que lorsque la quantité de fibres augmente, la viscosité plastique et le seuil de cisaillement augmentent aussi. Lorsque la longueur des fibres augmente, seul le seuil de cisaillement augmente.

1.8.6. Effet du temps

Le temps occupe une place particulière étant donné qu'il s'agit du seul facteur qui ne fait pas intrinsèquement partie de la composition du béton. La durée de la période où le béton frais reste suffisamment maniable est limitée dans le temps à cause du processus d'hydratation. Quand cette limite est dépassée, le béton perd sa maniabilité et son comportement rhéologique est modifié.

La figure 1.14 montre que le seuil de cisaillement de deux pâtes différentes après 5 et 60 minutes. On constate qu'à 5 minutes ces pâtes présentent un même comportement (Binghamien). Après 60 minutes la courbe du ciment (C) se différencie complètement de celle du quartz (S). Le seuil de cisaillement ciment (C) a augmenté. Il a fallu briser des liaisons chimiques pour atteindre ensuite un comportement Binghamien par contre la courbe du quartz (S) reste identique et n'est pas affectée par le temps [26].

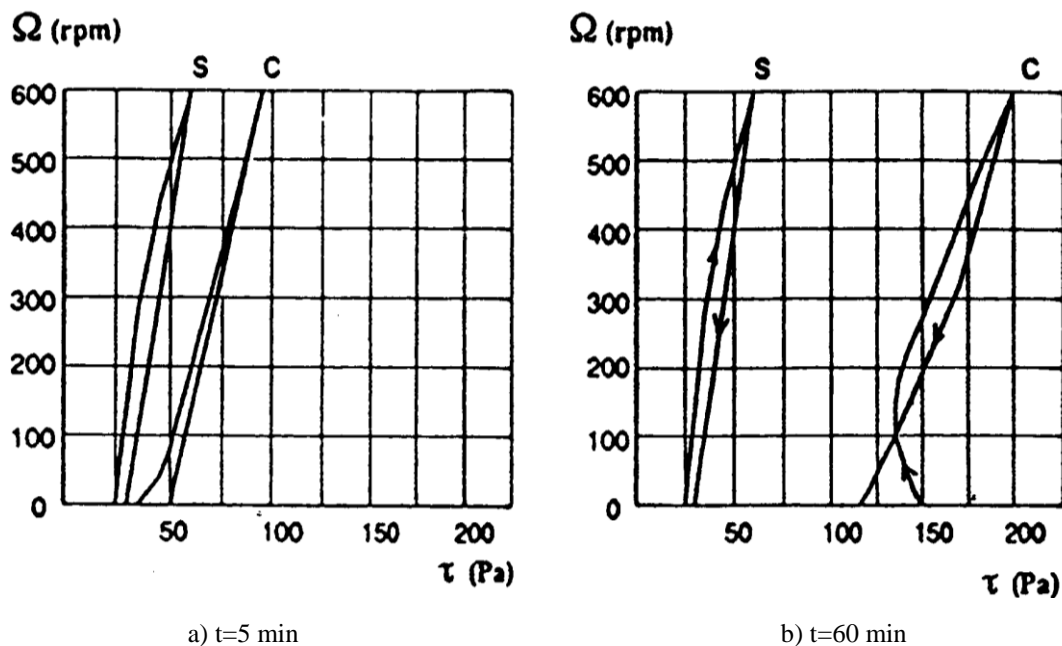


Figure 1.14 : Évolution du comportement rhéologique en fonction du temps
Pâte E/C=0,4 S: Quarts (pâte inerte), C: Ciment (pâte active) [26].

1.8.7. Effet de la température.

L'effet de la température sur la viscosité des pâtes de ciment est directement lié à leurs compositions chimiques. Les travaux de Griesser [27] illustrés sur la figure 1.15 montrent que les ciments riches en C_3A se manifestent par un plus fort seuil d'écoulement. En général, le seuil de cisaillement augmente avec la température, cette dépendance est plus prononcée en cas du ciment C riche en C_3A (12.6%) où sa valeur double lorsque la température passe de 20 à 30°C. Le coefficient de viscosité relative a tendance à diminuer avec l'élévation de température et semble relié au type de superplastifiant utilisé comme le montre la figure 1.16. La viscosité augmente au cours du temps et autant plus si la température ambiante est élevée surtout entre 20 et 30° C. Golaszewski et Szwabowski [11] observent une forte influence de l'élévation de la température sur le comportement rhéologique des mortiers accompagné d'une augmentation du seuil d'écoulement et une diminution de la viscosité plastique. Avec l'élévation de la température la contrainte de cisaillement diminue, cette diminution est beaucoup plus marquée en présence d'un superplastifiant [27] .

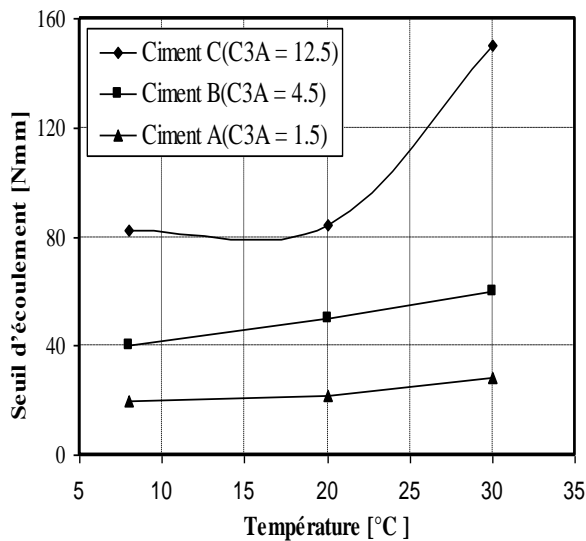


Figure 1.15 : Variation du seuil d'écoulement en fonction de la température pour différentes pâtes de ciments [27].

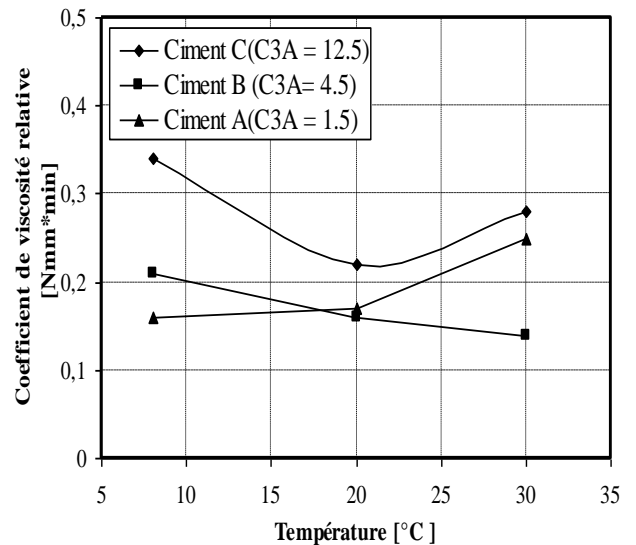


Figure 1.16 : Coefficient de viscosité relative en fonction de la température et le dosage en superplastifiant [27].

1.9. Phénomènes perturbateurs

Un certains nombre de phénomènes dits perturbateurs, dont il faut en tenir compte lors de la mesure des grandeurs rhéologiques. Les travaux de Coussot et Ancey [28] font une revue détaillée de ces phénomènes, particulièrement ceux susceptibles d'intervenir pour les suspensions.

1.9.1. Dimensions du rhéomètre

Les dimensions de la géométrie de l'écoulement doivent être d'un ordre de grandeur plus important que celui de la taille des éléments constitutifs du matériau. Si cette condition n'est pas remplie, l'hypothèse de milieu continu ne serait plus valable. La pratique veut que l'écart minimal entre les outils doive être supérieur à, au moins, dix fois la taille des plus grosses particules en suspension [29].

1.9.2. Glissement aux parois

Ce phénomène a pour conséquence d'abaisser la viscosité mesurée par rapport à sa valeur réelle, du fait de la décroissance naturelle de la concentration solide près d'une paroi lisse [27,28].

1.9.3. Evaporation

L'évaporation intervient surtout dans les suspensions lors d'essais comportant une surface libre. Ceci pourrait se traduire par une diminution de la viscosité apparente mesurée. Ce phénomène est d'autant plus important que le rapport des surfaces libres sur le volume du matériau étudié est grand [29].

1.9.4. Sédimentation et migration

La sédimentation peut se produire lors de toute expérience réalisée sous l'action de la gravité, ce qui est le cas dans la plupart des essais rhéologiques. La migration résultant du déplacement des particules est liée à une hétérogénéité de cisaillement. Ainsi, les couches supérieures sont moins visqueuses que le matériau initial, alors que les couches inférieures deviennent plus visqueuses du fait de l'accumulation des particules [30].

1.10. Modèles de prévision des paramètres rhéologiques du béton

Plusieurs modèles disponibles dans la littérature, permettent de l'estimer à partir de la composition du béton les grandeurs rhéologiques du mortier et du béton comme le montrent les tableaux 1.5 et 1.6. La plupart d'entre eux expriment le fait que la viscosité augmente avec la concentration volumique solide (Φ), pour tendre vers l'infini lorsque la suspension est proche de l'empilement. La concentration volumique solide Φ représente le rapport entre le volume occupé par la phase solide et le volume total du mélange, ce qui

représente une des principales caractéristiques physiques d'une suspension. Le paramètre Φ est sans dimension, il est généralement exprimé en pourcentage (%).

$$\phi = \frac{V_s}{V_s + V_F} \quad (1.6)$$

D'autre part, Le tableau 1.6 récapitule certains paramètres rhéologiques attribués à l'affaissement du béton. Ce dernier est resté depuis l'apparition du béton comme le plus simple essai permettant de définir l'ouvrabilité d'un tel matériau. Son utilisation pour prédire les paramètres rhéologiques rend la tâche plus facile aux promoteurs du béton pour le contrôle de sa mise en œuvre.

Tableau 1.5 : Modèles de calcul du seuil de cisaillement [31]

Auteur	Modèle	Applications
Murata et Kukawa (1992)	$\tau_0 = 714 - 473 \log\left(\frac{A}{10}\right)$	Béton
Hu (1995)	$\tau_0 = \frac{(300 - A)\rho}{0,27}$	Béton ordinaire et BHP
Ferraris et De Larrard (1998)	$\tau_0 = \frac{\rho(300 - A)}{0,347} + 212$	Béton avec et sans superplastifiant
Sedran (1999)	$\tau_0 = \frac{\rho(808 - Etal)}{1174}$	BAP et MAP
Roussel (2006)	$\tau_0 = \frac{(255 - A)\rho}{176}$	Béton Ordinaire
Pierre (2013)	$\sqrt{\frac{2\tau_0}{\rho g}} \left[\frac{8\pi}{15} (Etal - R_0)^{\frac{5}{2}} + \frac{4\pi}{3} R_0 (Etal - R_0)^{\frac{3}{2}} \right] + \pi R_0^2 (Etal - R_0)^{\frac{1}{2}}$ $+ \pi R_0^2 \sqrt{3} \frac{\tau_0}{\rho g} - V_0 = 0$	BAP

Avec

- τ_0 : le seuil de cisaillement [Pa]
- A : l'affaissement du béton [mm]
- $Etal$: l'étalement des BAP et MAP [mm]
- ρ : la densité du béton
- ρg : la gravité spécifique

Tableau 1.6 : Modèles de calcul de la viscosité [31]

Auteur	Modèle	Applications
Einstein (1911)	$\mu = \mu_0 (1 + [\mu]\phi)$	Suspension
Arrhenius (1917)	$\mu = \mu_0 \exp([\mu]\phi)$	Suspension
Mooney(1951)	$\mu = \mu_0 \exp\left(\frac{[\mu]\phi}{1 - \phi/\phi_{\max}}\right)$	Suspension
Krieger et Dougherty(1959)	$\mu = \mu_0 \left(1 - \frac{\phi}{\phi_{\max}}\right)^{-[\mu]\phi_{\max}}$	Suspension
Thomas (1965)	$\mu = \mu_0 (1 + 2,5\phi + 10,05\phi^2 + 0,00273e^{16,6\phi})$	Suspension
Stedman et al. (1990)	$\mu = \mu_0 \left(1 + 0,75 \frac{\phi/\phi_{\max}}{1 - \phi/\phi_{\max}}\right)^2$	Suspension
Ferraris et de Larrard (1998)	$\mu = \mu_0 \exp\left[26,75\left(\frac{\phi}{\phi^*} - 0,7448\right)\right]$	Mortier et Béton
Sedran (1999)	$\log \mu = 7,14 \frac{\phi}{\phi_{\max}} - 3,15 + 0,809 \left(1 - \frac{S_p}{S_p^*}\right)^2$	Mortier et béton autonivelant

Avec

- μ : la viscosité de suspension
- μ_0 : la viscosité de l'eau à 20°C
- $[\mu]$: le coefficient de viscosité intrinsèque (2,5 pour les sphères)
- ϕ : la concentration volumique de solide
- ϕ_{\max} : la concentration maximale de solide
- ϕ^* : la concentration maximale de l'unité structurale.
- S_p : la teneur en superplastifiant
- S_p^* : la teneur en saturation de superplastifiant.

1.11. Conclusion

L'étude du comportement rhéologique des matériaux cimentaires occupe un intérêt particulier pour la mise en œuvre du béton. La mesure des paramètres rhéologiques doit intégrer les nouvelles composantes du béton telles que les adjuvants organiques et les additions minérales. De plus, il faut tenir compte des paramètres externes relatifs au type d'appareillage utilisé, type de climat et le décalage entre la mise en eau et le coulage. Le prochain chapitre regroupe les facteurs importants régissant le comportement rhéologique du béton en présentant les résultats les plus remarquables dans ce domaine.

Chapitre 02

*Rhéologie des matériaux cimentaires
en présence des diverses additions*

2.1. Introduction

Le développement récent dans le domaine de la technologie du béton montre que l'incorporation conjuguée d'additions organiques et d'additions minérales fines et ultrafines conduit, généralement, à la réduction de la quantité d'eau nécessaire au gâchage et à l'augmentation conséquente de la compacité du matériau. Ainsi, des améliorations très significatives des performances mécaniques, physiques et de durabilité caractérisent ce nouveau béton.

En effet, l'incorporation des additions minérales dans le squelette d'un mélange granulaire ne peut pas s'appuyer sur les méthodes classiques d'optimisation de l'empilement granulaire (Faury, Dreux-Gorisse, ...) utilisées pour la détermination des quantités des granulats nécessaires pour la formulation des bétons courants. La petite dimension des particules des additions les rend beaucoup plus sensibles aux forces inter-particulaires. Des phénomènes de floculation des particules peuvent apparaître ainsi que des interactions fortes avec les grains de ciment anhydres. L'efficacité de la dispersion des particules par les adjuvants fluidifiants n'est que partielle, elle dépend de la nature et de la quantité relative ciment-addition minérale employée dans la formulation. Le comportement rhéologique des mélanges avec additions minérales et adjuvants fluidifiants s'écarte sensiblement des modèles rhéologiques considérés pour les bétons courants.

2.2. Additions organiques

Les adjuvants sont des substances organiques (superplastifiants, plastifiants-réducteurs, fluidifiants, entraîneur d'air) ou inorganiques (accélérateur de prise et de durcissement) qui permettent de modifier la rhéologie des bétons avec des faibles teneurs en eau. De plus, ils permettent d'accélérer ou de retarder la prise, selon les exigences du chantier. De ce fait, ces adjuvants peuvent être considérés comme des constituants du béton au même titre que les éléments de base tels que le ciment, les granulats, le sable et l'eau de gâchage.

2.2.1. Type des superplastifiants

Parmi les adjuvants les plus utilisés actuellement dans la préparation du béton, on trouve les superplastifiants, préférés pour leur capacité d'améliorer les propriétés rhéologiques du béton et de lui conférer un meilleur comportement mécanique en

diminuant le rapport E/C. Les superplastifiants sont présentés en quatre groupes classés en deux catégories selon la nature du groupement anionique. La première catégorie des polymères est composée des polymères contenant des fonctions sulfonate (—SO_3^-) et la deuxième catégorie est munie de fonctions carboxylate (—COO^-) [32].

2.2.1.1. Lignosulfonates modifiés (LSM)

Les lignosulfonates représentent les premiers adjuvants organiques apparus dès 1932. Ce sont des polyélectrolytes qui dispersent la suspension par effet purement électrostatique. Leur structure chimique est représentée à la figure 2.1.

2.2.1.2. Polynaphtalènes sulfonates (PNS) et polymélamines sulfonates (PMS)

Pendant plus de trente ans, l'industrie du béton s'est satisfaite de ces réducteurs d'eau (LSM) jusqu'à ce que les Japonais et les Allemands mettent sur le marché des produits de synthèse aux propriétés dispersantes beaucoup plus efficaces que les lignosulfonates de l'époque. Ces nouveaux produits développés en 1960 sont les sels sulfoniques de condensé de formaldéhyde et de naphthalène (produit japonais) PNS ou de mélamine (produit allemand) PMS. Les PNS et les PMS sont également des polymères organiques, linéaires et anioniques avec des groupements polaires sulfonates (—SO_3^-) qui disperse la suspension par effet purement électrostatique. Leurs structures chimiques sont représentées respectivement sur les figures 2.2 et 2.3.

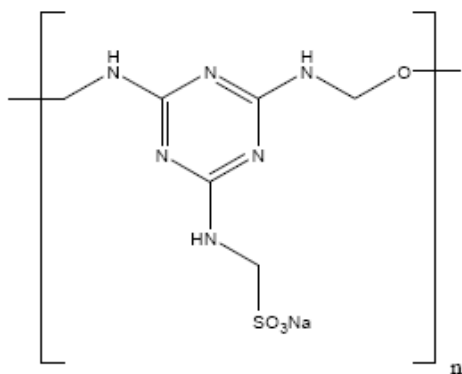


Figure 2.1 : Structure chimique des Lignosulfonates modifiés LSM

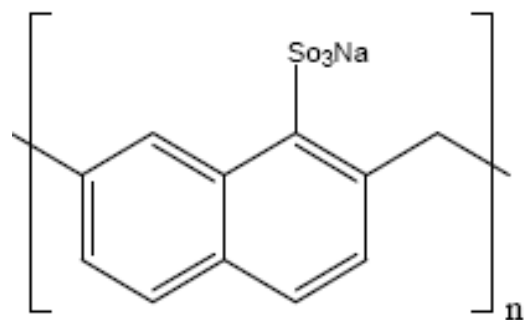


Figure 2.2 : Structure chimique des polynaphtalènes sulfonates PNS

2.2.1.3. Superplastifiants à base de carboxylates (PC)

En 1980, l'apparition des polycarboxylates nommés PC est une grande évolution des super réducteurs d'eau. Ils ont été mis au point après les polysulfonates et sont pour cette raison communément appelés superplastifiants de nouvelle génération. Ils sont formés d'une combinaison de polymères dont le mécanisme de dispersion se fait par une répulsion combinée électrostatique et stérique. Leur structure chimique est représentée sur la figure 2.4.

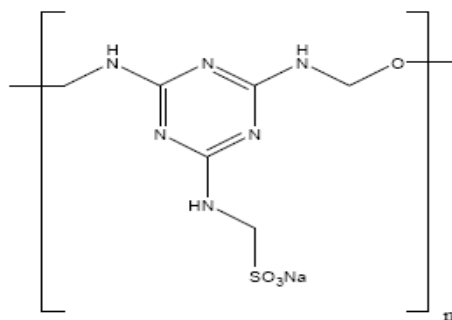
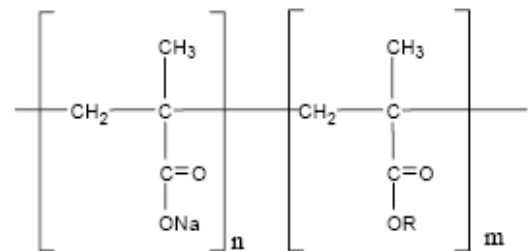


Figure 2.3 : Structure chimique des polymélatamines sulfonates PMS



R=oxyde d'éthylène par exemple

Figure 2.4 : Structure chimique des polycarboxylates PC

2.2.2. Action des superplastifiants sur les matériaux cimentaires

2.2.2.1. Adsorption

Les superplastifiants sont généralement introduits dans l'eau de gâchage avant le mélange avec le ciment. Au moment où les grains de ciment entrent en contact avec l'eau, les molécules de superplastifiant participent à la saturation des charges de surface au même titre que les autres ions présents en solution. D'après Ramachandran et *al.* [33], les superplastifiants empêchent la formation néfaste des congglomérats (figure 2.5). Les molécules du superplastifiant se fixent par adsorption sur l'interface entre les grains de ciment et l'eau de gâchage. Une fois adsorbé, le superplastifiant forme une charge négative autour de chaque grain de ciment qui se repousse les uns des autres. La dispersion qui en résulte réduit la viscosité de la pâte de ciment et augmente l'ouvrabilité.

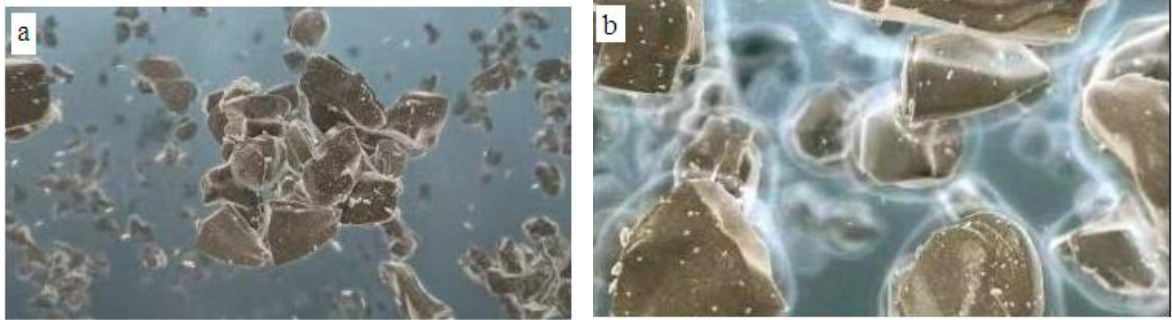


Figure 2.5 : Schéma de la structure d'une pâte de ciment [34]
a) floculée (sans superplastifiant); b) dispersée (avec superplastifiant)

Yoshioka et *al.* [35] ont également étudié l'adsorption de quatre types de superplastifiants sur les différentes phases pures. Ils ont montré qu'une plus grande quantité de polymère s'adsorbait sur les phases aluminates (C_3A et C_4AF) que sur les phases silicates (C_3S et C_2S). De même, l'isotherme d'adsorption d'un PNS sur le C_3A , C_4AF et C_2S synthétisés montre que les quantités saturées d'adsorption sur le C_3A et le C_4AF étaient très élevées, environ 300 mg/g, tandis que celle sur le C_3S n'était que de 2 mg/g [36]. D'autres travaux avec de l'acide salicylique ont confirmé que la quantité d'adsorption sur les différents minéraux de ciment étaient dans l'ordre de $C_3A > C_4AF > C_3S$ [37]. La figure 2.6 présente les résultats [38] d'adsorption d'un superplastifiant de type PNS sur les phases pures de ciment (C_3A , C_4AF et C_3S) pour des rapports eau/solide de 0,5. Ces résultats montrent que le polymère s'adsorbe préférentiellement sur les phases aluminates et peu sur les phases silicates.

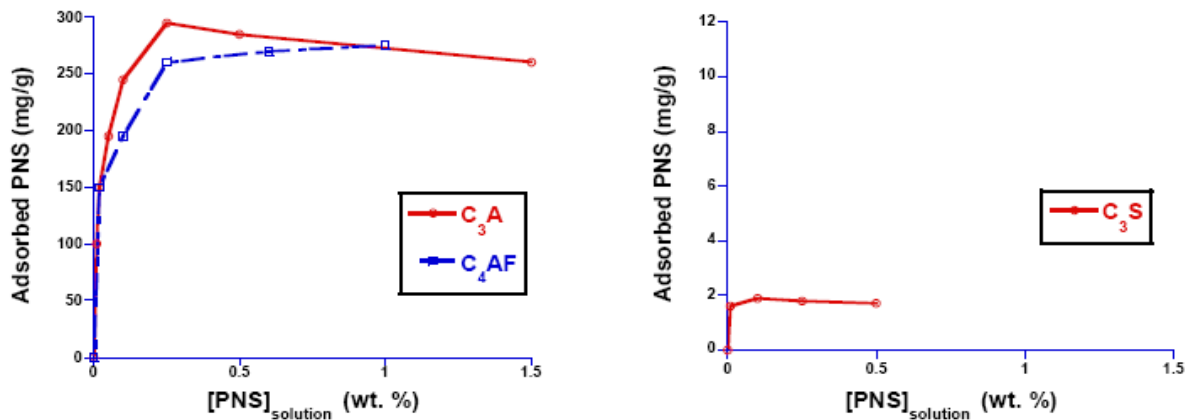


Figure 2.6 : Isothermes d'adsorption d'un superplastifiant de type PNS sur les phases pures de ciment, eau/solide = 0,5 [38].

Il a été constaté que la viscosité des pâtes de ciment augmente sensiblement dans le ciment ayant un faible rapport de C_3S/C_2S ou de C_3A/C_4AF , surtout lorsqu'un superplastifiant de type PNS est employé [37]. Cette étude montre que la teneur en C_3A et la finesse de ciment sont les facteurs les plus influents sur le comportement rhéologiques des pâtes de ciments. Plus la teneur en C_3A et la finesse de ciment sont élevées, plus l'effet de fluidification du superplastifiant diminue [39]. Ces résultats ont été confirmés par Boragafio et *al.* [40] en comparant les propriétés rhéologiques de trois types de ciment d'où l'effet de fluidification diminue lorsque le rapport $C_3A/CaSO_4$ augmente. De plus, l'action des superplastifiants devient plus importante lorsque la taille des particules de ciment est inférieure à 10 μm [41]. Cet effet sur les particules fines a également été étudié par Nawa et *al.* [36] où la viscosité des pâtes de ciment accrue avec la fraction fine ($\leq 10 \mu m$) de ciment. Cela est dû à l'augmentation du montant de superplastifiant adsorbé lorsque la finesse du ciment augmente.

2.2.2.2. Dispersion par répulsion électrostatique

L'adsorption des superplastifiants à la surface des particules de ciment est à l'origine d'un potentiel de surface important, comme en témoigne les courbes de potentiel zêta illustrées sur la figure 2.7. Plus le potentiel de surface est élevé, plus la force de répulsion est grande. Une densité de charge importante du polymère permet une adsorption forte et une bonne répulsion électrostatique. De même, Daimon et *al.* [42] ont affirmé l'importance des forces répulsives électrostatiques induites par le superplastifiant. L'addition d'un superplastifiant augmente le potentiel négatif zêta des particules de ciment, causant ainsi des forces répulsives plus importantes entre les grains de ciment.

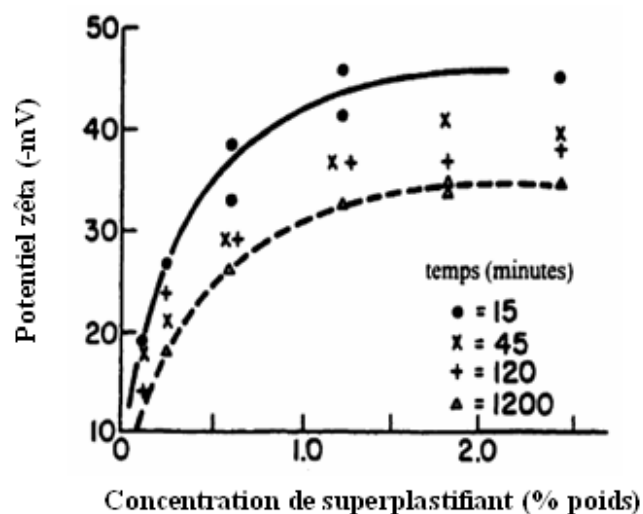


Figure 2.7 : Potentiel zêta des particules de ciment en présence de superplastifiant [43].

Plusieurs résultats de recherche [42, 44] ont confirmé l'effet des forces répulsives électrostatiques induites par le superplastifiant sur la fluidité des pâtes. Il a été montré que l'addition du superplastifiant de PNS augmente le potentiel négatif zêta des particules de ciment causant ainsi des forces répulsives plus importantes entre les particules. Les polymères de grand poids moléculaire mènent à courte portée des forces répulsives, tandis que les polymères de faible poids moléculaire exhibent habituellement une faible réduction de l'eau et une baisse fluidité de la pâte. D'après Collepardi et *al.* [44], plus le dosage du PNS est élevé plus le montant de PNS adsorbé sur les particules de ciment est élevé, et plus la fluidité des pâtes de ciment est importante. Ce phénomène est basé sur le fait que l'adsorption de PNS peut transmettre une charge électrique négative sur la surface des particules de ciment. La figure 2.8 illustre une répulsion électrostatique entre trois grains de ciment [45].

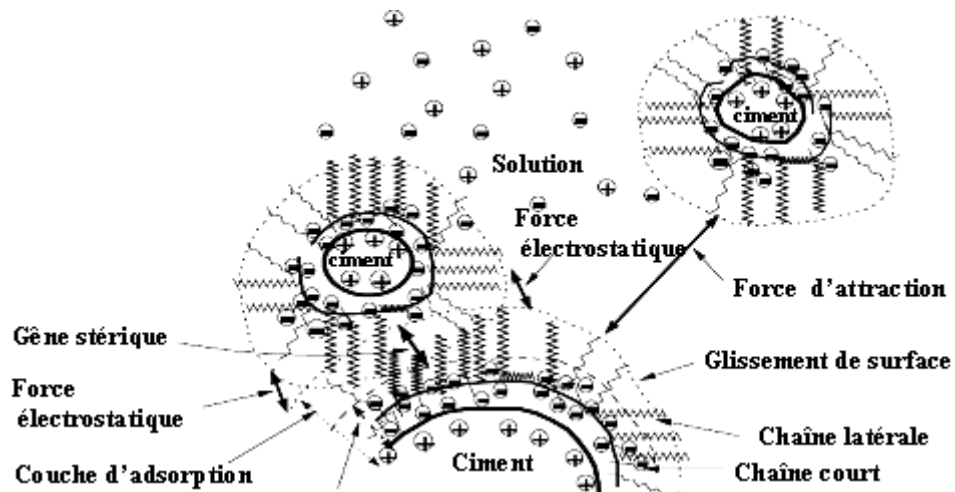


Figure 2.8 : Schématique de l'adsorption et de la répulsion pour des particules de ciment [45].

2.2.2.3. Dispersion par effet stérique

L'effet stérique apparaît quand les molécules adsorbées forment une structure multicouche autour des particules où elles ne peuvent pas physiquement s'approcher très étroitement comme illustré sur la figure 2.9. A ce propos, beaucoup de chercheurs ont essayé de clarifier l'importance relative des forces électrostatiques et stériques en dispersant les particules de ciment. Selon les résultats de Neubauer et *al.* [46], la dispersion des grains de ciment observée est principalement due aux répulsions stériques; cette répulsion s'explique par la difficulté pour les chaînes de polymères de s'enchevêtrer lorsque les particules s'approchent. Cela résulte de la perte d'entropie engendrée lorsque les chaînes s'entremêlent et de la pression osmotique créée par l'augmentation de la concentration en polymères entre deux particules. Les molécules de superplastifiants constituent alors des

barrières physiques entre les particules pour empêcher la coagulation. Une augmentation de l'épaisseur de la couche adsorbée et de la densité des chaînes des polymères améliore la dispersion. Ainsi, les polymères de grande masse moléculaire accentuent la répulsion stérique.

Les forces répulsives stériques induites par des molécules de superplastifiant sont également importantes comme mécanisme de dispersion [47]. Plus récemment, l'importance relative des effets électrostatiques et stériques a été considérée dans la répulsion de particule-particule par Uchikawa et *al.* [48]. Leurs conclusions sont que les forces électrostatiques jouent un rôle important dans le mécanisme de dispersion pour des superplastifiants de type PNS et PMS tandis que les forces stériques sont critiques pour un superplastifiant de type PC.

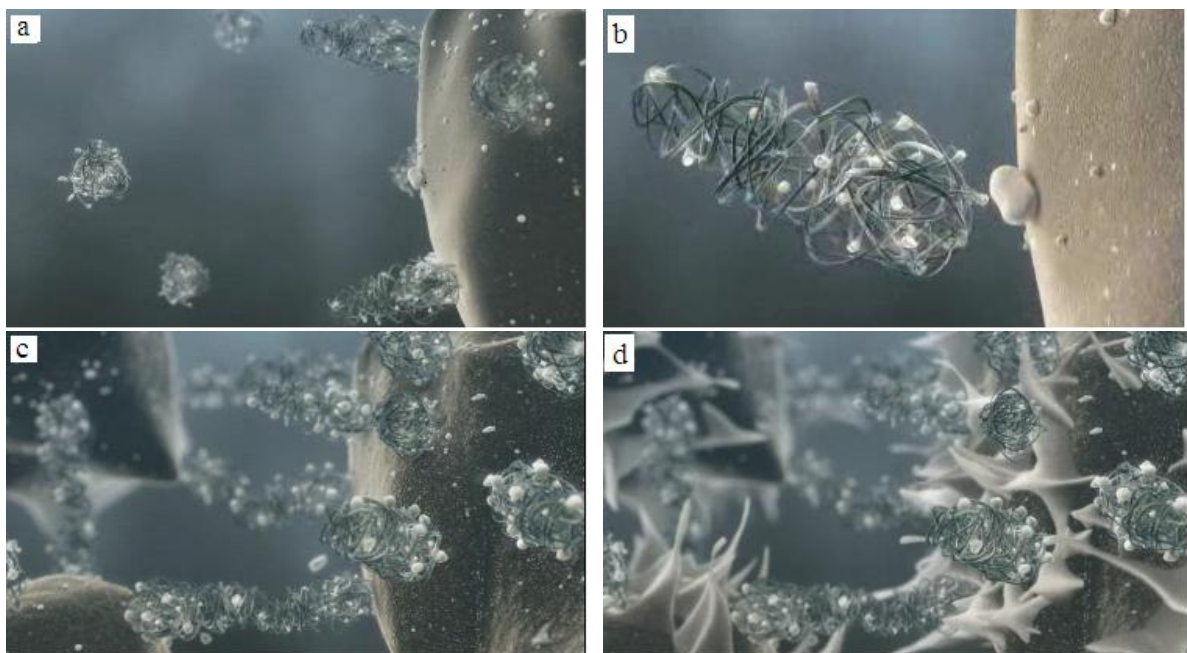


Figure 2.9 : Répulsion stérique selon plusieurs degrés d'adsorption [34]

a) Adsorption b) fixation des superplastifiants c) recouvrir les grains de ciments d) dispersion

2.2.2.4. Effet sur l'hydratation du ciment

Il a été constaté que les molécules de superplastifiant dispersent non seulement des particules de ciment, mais sont impliquées dans l'hydratation, ce qui conduit à des modifications de la morphologie des hydrates. Baussant [49] observait, en l'absence de superplastifiant, que l'ettringite a été trouvé bien cristallisé alors que lors de la présence de superplastifiant de type PNS, l'ettringite a été modifié selon une forme sphéroïdale. En

outre, plus le poids moléculaire du PNS est élevé, plus la dimension des cristaux est petite [49]. De même, la chaleur d'hydratation initiale diminue avec la présence de PNS à faible poids moléculaire, alors que les travaux de Jolicœur et *al.* [50] prouvent que la chaleur d'hydratation initiale n'est pas modifiée par l'addition d'un PNS ayant un poids moléculaire plus que 100 kilodalton.

Des résultats de recherche ont montré que le superplastifiant de type sulphonates a la capacité à s'insérer dans les phases du monosulfo-aluminate AFm du ciment pur [51]. La couche du AFm formée autour du ciment augmente la surface que doit recouvrir le superplastifiant pour disperser les grains ce qui engendre une augmentation du dosage en superplastifiant [52]. De même, des phases lamellaires intercalées par des polymères de type PC sont observables au microscope électronique à transmission, et que des distances basales de 2 à 4 nm sont mesurées par DRX, en fonction de la longueur des greffons [53].

a) Effet sur l'hydratation du silicate tricalcique

L'intérêt de l'étude de l'influence des adjuvants sur l'hydratation du silicate tricalcique se justifie aisément lorsque l'on rappelle que cette phase est d'une part la phase la plus abondante dans un ciment et que d'autre part elle est à l'origine des propriétés mécaniques de la pâte durcie. Il est alors assez clair que toute action sur cette hydratation est susceptible de modifier à la fois les propriétés du béton frais liées à l'avancement de l'hydratation des phases constituant le ciment mais également les propriétés du béton durci. Il est bien établi que l'utilisation de superplastifiant permet un gain de résistances mécaniques du fait de la réduction d'eau [54]. La plupart des travaux relatifs à l'influence des superplastifiants sont en fait réalisés sur des ciments. Ainsi, mêmes si un certain nombre de chercheurs [55] évoquent l'action de ce type d'additif sur l'hydratation du silicate tricalcique, ils s'attachent pour la plupart à remarquer un effet retardateur sur l'hydratation.

La littérature est ainsi relativement abondante concernant les PNS et l'influence de leur masse molaire sur la cinétique d'hydratation des phases silicatées. Anderson et *al.* [56] mentionnent une amélioration des propriétés rhéologiques du béton avec l'augmentation de la masse moléculaire du superplastifiant. Différents travaux [55,57] mentionnent qu'en présence de PNS, l'hydratation initiale est plus rapide par rapport au béton non adjuvanté; cette observation serait liée à l'effet dispersant de ce type de molécule sur les grains de ciment qui favorise le contact ciment-eau.

b) Effet sur l'hydratation du l'aluminate tricalcique

L'hydratation de l'aluminate tricalcique présente d'importantes particularités aux conséquences non négligeables. Son hydratation est en effet plus rapide que celle du silicate tricalcique et par conséquent sa réactivité sera en partie à l'origine des propriétés d'usage du ciment au jeune âge et notamment de son ouvrabilité que l'on cherche à contrôler par l'addition des superplastifiants. En employant un superplastifiant, le C_3A et C_4AF exercent l'affinité la plus élevée pour adsorber ces superplastifiants. Comme le C_3A est la phase de ciment qui s'hydrate le plus rapidement, elle représente la phase la plus importante pour des interactions de ciment-superplastifiant. En fait, l'analyse d'eau interstitielle a prouvé que les ciments riches en C_3A consomment un grand nombre de polymères supplémentaires de superplastifiant dans les premières minutes d'hydratation de ciment [58,59].

L'examen de la littérature laisse apparaître des points de vue différents sur l'effet des superplastifiants sur l'hydratation du C_3A . En effet, si l'ensemble des chercheurs sont d'accord sur le fait que les superplastifiants modifient la morphologie des hydrates et de l'ettringite en particulier [60,61], en revanche, les opinions divergent concernant l'effet des superplastifiants sur la cinétique d'hydratation. Sakai [62] et Simard [63] affirment ainsi que les superplastifiants de type PNS ou PC entraînent une diminution de la vitesse de formation de l'ettringite liée à leur forte adsorption à la surface des grains de ciment. Alors que Odler et *al.* [64] affirment une accélération de la vitesse de formation d'ettringite en présence de PNS. D'autre part, Collepari [65] observe que la présence de PNS ne modifie pas la cinétique d'hydratation du C_3A . L'incorporation des superplastifiants aux produits initiaux d'hydratation a un effet négatif sur leur réactivité, car la moindre présence de superplastifiant peut modifier la cinétique d'hydratation. D'ailleurs, de divers superplastifiants se sont avérés être différemment adsorbés par le même ciment [66].

*2.2.3. Effet du superplastifiant sur la rhéologie**2.2.3.1. Effet du mode d'introduction*

Le moment d'introduction d'un superplastifiant a occupé l'esprit de plusieurs chercheurs afin d'optimiser l'effet de dispersion. Chiocchio et *al.* [67] ont montré que le meilleur moment pour ajouter un superplastifiant est au début de la période d'induction où toute introduction avant la première période d'hydratation de C_3A , entraîne sa large

adsorption par les premiers hydrates de la phase d'aluminate. L'effet d'addition retardée suppose que le mélange est adsorbé à un moindre degré quand on l'ajoute quelques minutes après le malaxage, de sorte qu'il y ait assez de mélange laissé dans la solution pour favoriser la dispersion des phases de silicate et pour abaisser la viscosité des pâtes de ciment [68]. La figure 2.10 montre des résultats d'essai d'affaissement où l'introduction de superplastifiant a été divisée en deux parties; une moitié lors du contact avec de l'eau de gâchage et l'autre moitié quelques minutes après le malaxage. Les résultats obtenus montrent que la fluidité initiale a été considérablement augmentée, et que la perte de fluidité a été beaucoup réduite lorsque la deuxième moitié du superplastifiant a été ajoutée 3 minutes après le début du malaxage. L'étude de l'influence du temps d'introduction des superplastifiants sur les propriétés rhéologique des pâtes de ciment montre que les superplastifiants à base de naphthalène et de mélamine augmentent les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment à court et à long termes. La réduction du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique dépend de la composition du ciment et du temps d'introduction du superplastifiant dont le temps optimal était de 10 à 15 min après le début du malaxage [55].

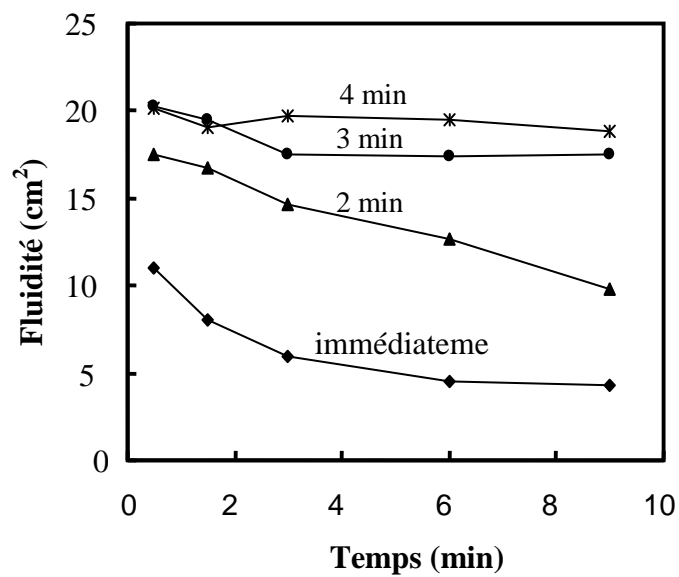


Figure 2.10 : Variation de la fluidité d'un coulis pour plusieurs modes d'introduction [67].

2.2.3.2. Effet du dosage en superplastifiant

Plusieurs chercheurs [11,68,69] envisagent que plus le dosage en superplastifiant et le rapport E/C sont élevés, plus le comportement rhéologique se maintient dans le temps. De même, Aîtcin [70] a montré que lorsqu'on utilise un superplastifiants à très forts dosages, cet effet enveloppant peut retarder l'hydratation des grains de ciment, quelle que

soit la nature du superplastifiant, du type de ciment ou la dimension moyenne de ses grains. En revanche, la présence de superplastifiant en excès permet en effet de compenser la consommation du polymère par les grains de ciment et ses hydrates [71].

Sugamata et *al.* [72] ont étudié l'influence de différents superplastifiants et de leurs dosages sur le maintien du comportement rhéologique d'un mortier. Leurs résultats montrent que l'augmentation du dosage d'un superplastifiant n'a plus d'influence sur la fluidité du mortier à partir d'une certaine valeur. De même Shindoh and Matsuoka [73] a aussi montré que l'ajout d'un superplastifiant aide à diminuer la viscosité (figure 2.11) à partir d'un certain dosage. Cette caractéristique est maintenant bien connue, il s'agit du dosage de saturation, c'est-à-dire le dosage au-delà duquel l'adjuvant ne permet plus de modifier de façon significative la rhéologie du mélange. Actuellement, les superplastifiants sont utilisés à des dosages proches des dosages de saturation afin de limiter le phénomène de perte de rhéologie dans le temps.

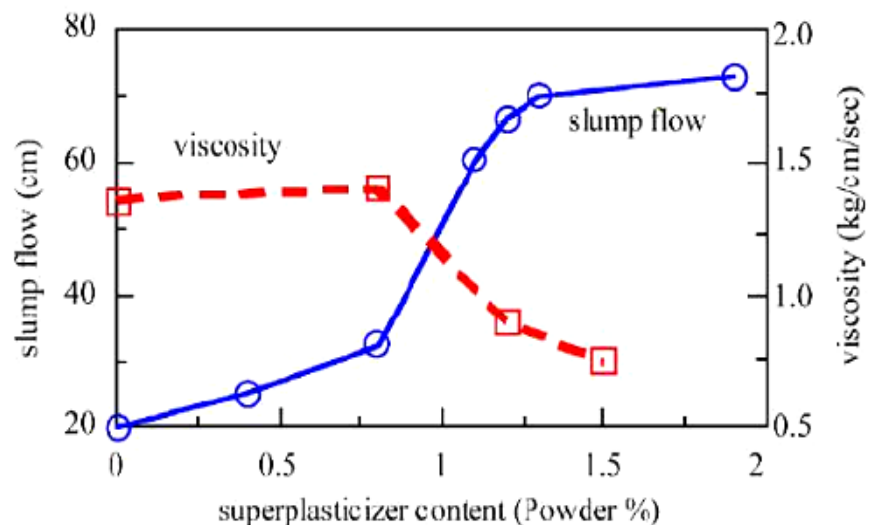


Figure 2.11 : Influence de la quantité de superplastifiant sur l'étalement et la viscosité d'un béton [73].

Hu [74] a étudié l'effet du dosage en superplastifiant sur les paramètres rhéologiques d'un béton à dosage en eau constant. Les résultats représentés sur la figure 2.12 montrent que le superplastifiant diminue le seuil de cisaillement et la viscosité plastique, par contre son effet sur la viscosité reste modeste après un certain dosage.

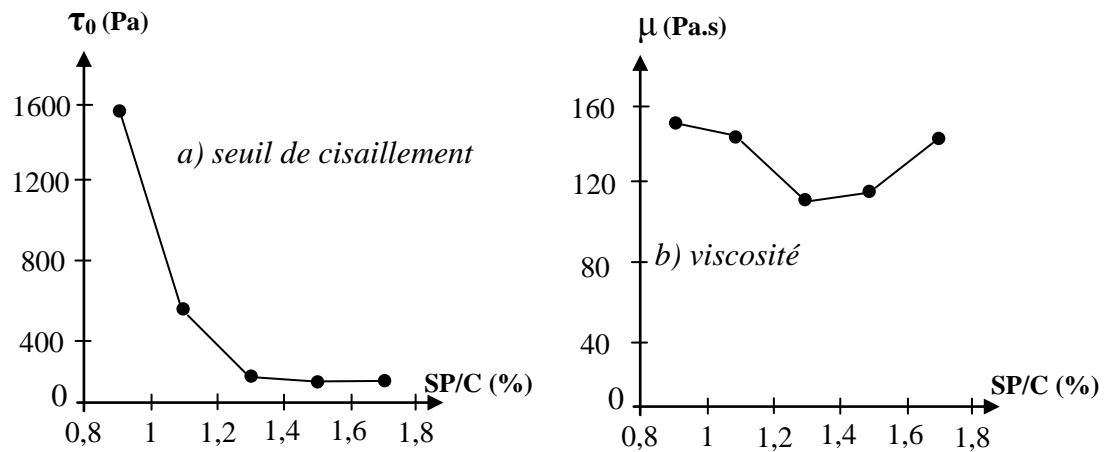


Figure 2.12 : Effet du dosage en superplastifiant sur les paramètres rhéologiques [74].

2.2.3.3. Effet du type de superplastifiant

La nature chimique du superplastifiant joue un rôle capital de son adsorption sur les grains de ciment. Malhotra et *al.* [75] ont constaté que dans le but d'augmenter l'affaissement de 50 à 260 mm, il a été nécessaire d'ajouter 0,6% de PMS ou de MLS, alors que ceci pourrait être accompli avec seulement 0,4% de PNS. Des résultats similaires ont confirmé que le superplastifiant de type PNS est plus performant que le PMS [76]. Une autre étude comparative [39], de l'effet du PNS et du lignosulfonate (LS) sur les propriétés des pâtes confectionnées avec huit différents ciments, a montré que les pâtes de ciment contenant du PNS sont plus fluides que celles contenant du LS en raison de la forte affinité du PNS aux grains de ciment. En étudiant les performances des superplastifiants à base de polycarboxylates, Falikman et *al.* [77] ont montré que ces superplastifiants assuraient les mêmes performances rhéologiques et mécaniques avec des dosages de 2.7 à 3.3 fois plus inférieurs que les superplastifiants conventionnels à base de poly-naphtalène.

Dans une autre étude [78], il a été montré, après avoir malaxé avec l'eau de gâchage, que le seuil de cisaillement de la pâte de ciment contenant du AS (aminosulfonique) est le plus faible et augmente dans l'ordre avec l'utilisation du PNS, PC, et de LS. Cependant la viscosité plastique des pâtes de ciment avec le PNS et le LS est plus élevée que celle du PC et de l'AS. Lachemi et *al.* ainsi que Khayat [79,80] ont étudié l'effet de plusieurs agents viscosants et épaississants (*polysaccharides d'origine microbienne tels que la gomme welan, copolymères à base d'acrylique.*) sur les propriétés

rhéologiques des mortiers. Cette catégorie d'adjuvants augmente la viscosité apparente des matériaux car, selon les auteurs, ils diminuent la ségrégation entre les différents composés du mortier.

Une étude de l'influence des superplastifiants sur le comportement rhéologique des mortiers de ciment à l'état frais en utilisant un rhéomètre rotationnel a été menée par Golaszewski et Szwabowski [11]. Il a été constaté que les superplastifiants à base de polycarboxylate étaient plus efficaces que les superplastifiants à base de naphthalène sur l'amélioration des propriétés rhéologiques des mélanges. D'autres travaux de l'effet des additions minérales sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment ont confirmé que le seuil de cisaillement et la viscosité plastique diminuent lorsqu'un superplastifiant PNS est employé [81]. En mesurant le seuil de cisaillement de différents types de superplastifiant, Burgos-Montes et *al.* [82] ont trouvé que l'ajout de superplastifiant réduit le seuil de cisaillement et l'interaction entre les flocs de ciment. Une réduction du seuil de cisaillement de 90% a été enregistrée avec seulement 0,2% de Polycarboxylate (PCE) alors que des dosages allant jusqu'à 8% de naphthalènes sulfonates (PNS) sont nécessaires pour l'obtention d'une telle diminution comme l'illustre la Figure 2.13.

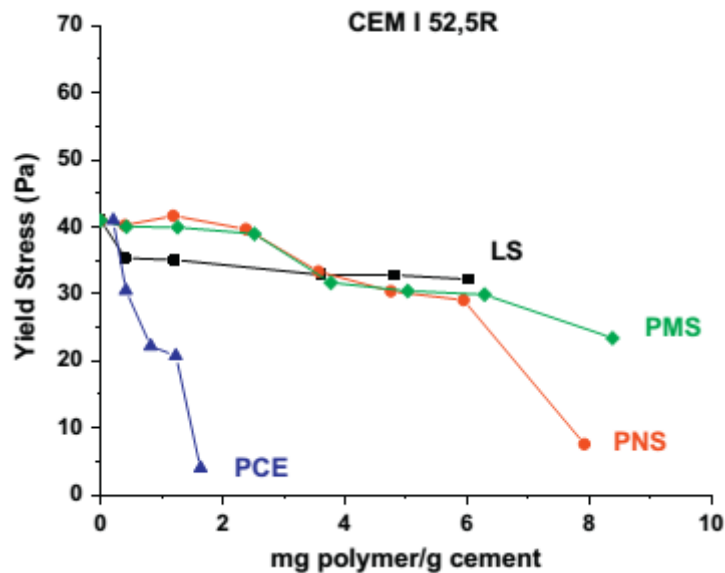


Figure 2.13 : Effet du type de superplastifiant sur le seuil de cisaillement des pâtes de ciment [82].

2.2.3.4. Effet du poids moléculaire du superplastifiant

L'effet retardateur des superplastifiants a été bien documenté et a été attribué à la capacité du superplastifiant adsorbé sur la surface des particules de ciment et de leurs

hydrates. Cependant, l'efficacité ou la sévérité, avec laquelle un superplastifiant peut retarder le taux d'hydratation varie selon sa nature. L'influence de la masse moléculaire de superplastifiant sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment est un paramètre principal lors de l'étude de l'interaction ciment–superplastifiant. Uchikawa et *al.* [39] ont étudié l'effet du poids moléculaire des superplastifiants de type PC (polycarboxylate) sur la fluidité des pâtes de ciment. Ils ont conclu que les superplastifiants de type PC ont un poids moléculaire optimal pour la fluidité à un rapport E/C donné. En utilisant trois PC ayant différents poids moléculaire, la valeur maximale de l'affaissement est observée pour un poids moléculaire de 25000, 21900 et 16000 g/mole avec respectivement des rapports E/C de 0.5, 0.3 et 0.2. Andersen et *al.* [32] ont prouvé que des superplastifiants constitués de polymères avec des chaînes plus longues ont des possibilités de dispersion plus élevées, alors que les polymères à chaînes plus courtes ont une influence plus prononcée sur le retardement. D'autres travaux d'Andersen et *al.* [56] ont été menés sur l'adsorption du superplastifiant de type PSS (Poly styrène sulfonate de sodium) en fonction du poids moléculaire (PM) dans la gamme de 4000 - 70000 g/mol. D'après les résultats illustrés sur la figure 2.14, il est évident que le montant maximal de PSS adsorbé se produit à un poids moléculaire de 16000 g/mole.

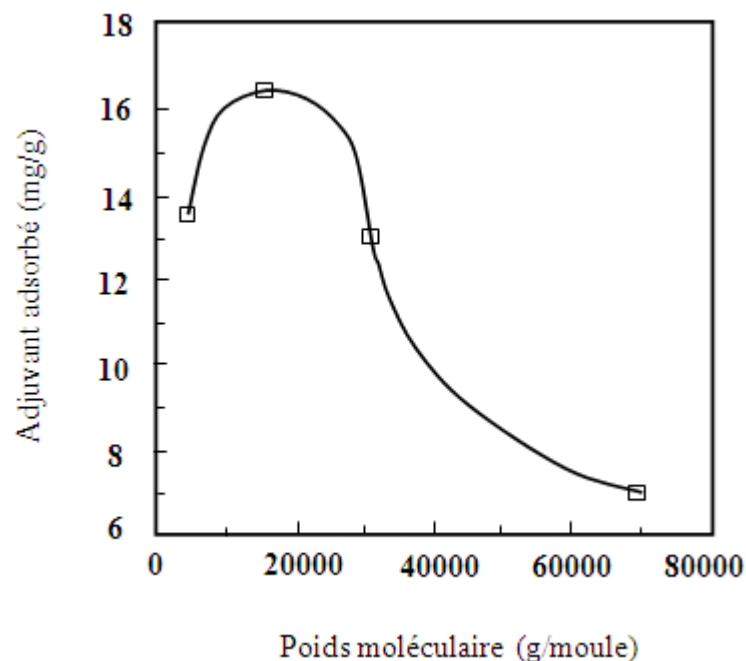


Figure 2.14: Quantité maximum des polystyrènes adsorbée [32]

2.3. Additions minérales

Les substances minérales utilisées comme ajouts en cimenterie ou additifs lors de la confection du béton contribuent par leur activité physique, hydraulique et pouzzolaniques à améliorer le comportement des ciments à l'état frais ainsi qu'à l'état durci. Plusieurs types d'ajouts sont bien connus tels que les pouzzolanes naturelles, les cendres volantes, les laitiers des hauts fourneaux ainsi que la fumée de silice. Ces produits deviennent plus actifs dans les solutions alcalines du ciment et donnent naissance à de nouveaux hydrates qui confèrent aux bétons une plus grande résistance mécanique et une meilleure durabilité. Par leur activité de surface et leur distribution granulaire, ils jouent un rôle fondamental dans le comportement rhéologique du béton.

2.3.1. Types d'additions minérales

Les ajouts minéraux se substituant au ciment peuvent être classés en fines actives telles que la fumée de silice et la pouzzolane naturelle et en fines inertes telles que le calcaire. Par ailleurs, le cadre normatif français propose six matériaux minéraux répondant à la définition « additions pour béton hydraulique » à savoir :

- Additions de type I selon la norme EN 206-1
 - Les additions calcaires (NF P 18-308),
 - Les additions siliceuses (NF P 18-509),
 - Les fillers (NF P 18-501),

- Additions de type II selon la norme EN 206-1 :
 - La fumée de silice (NF P 78-502),
 - Les cendres volantes de houille (NF P 18-505),
 - Le laitier vitrifié moulu de haut fourneau (NF P 18-506)
 - La pouzzolane naturelle (EN 197-1)

2.3.1.1. Fillers calcaires

Le calcaire est une roche sédimentaire, composée majoritairement de carbonate de calcium CaCO_3 . Le calcaire a été introduit dans la fabrication des ciments à la suite des deux guerres mondiales pour augmenter la production et satisfaire la demande accrue de ce produit. Ainsi, son emploi a donné des résultats prometteurs de résistance et de durabilité.

Par la suite, plusieurs études ont conclu que les fillers calcaires ont une action bénéfique sur la maniabilité des liants hydrauliques, ainsi que sur les propriétés mécaniques des bétons.

En 1960, le Code Espagnol permit l'introduction de plus de 10% de filler pour des classes faibles de ciment. Puis en 1975, le code fut révisé pour permettre d'incorporer jusqu'à 35% de calcaire. En 1979, une nouvelle Norme Française a permis d'utiliser jusqu'à 35% de laitier, des cendres volantes, de calcaire et de pouzzolane naturelle pour un ciment composé nommé CPJ. En plus, l'introduction de quatre classes de ciments a encouragé l'utilisation du ciment au calcaire pour contrôler les classes inférieures tout en assurant une rhéologie satisfaisante. Dès les années 90, plusieurs pays européens révisaient leurs normes et permettaient l'introduction du calcaire en cimenterie comme le BS 7583 en 1992. En 2000, la Norme Européenne EN 197-1 définit quatre types de ciment au calcaire parmi 27 ciments normalisés, ce qui favorise la production de ce type de ciment qui s'élève à 40 millions de tonnes représentant 24% de la production européenne.

Il fut admis que ces fillers avaient principalement un effet physique de comblement de vide et d'amélioration de la porosité. De nos jours, des travaux [82,83] laissent entrevoir une autre efficacité provenant de réactions superficielles entre les grains de calcite et le ciment, d'où on peut tirer les constatations suivantes :

- Le calcaire réagit avec les aluminates du ciment pour former des carboaluminates de calcium hydratés [83].
- L'ion CO_3^- peut se substituer aux ions SO_4^- dans les sulfates hydratés [82,83].
- Le calcaire finement broyé accélère l'hydratation du ciment et plus particulièrement celle de son composé principal; le silicate tricalcique [83,84].
- Le ciment au calcaire possède une demande en eau moins importante que celle des autres ciments pouzzolaniques [83,85].

2.3.1.2. Laitier granulé des hauts fourneaux

Le laitier des hauts fourneaux est un sous produit des usines sidérurgiques formé essentiellement de silicates et d'aluminosilicates de calcium et d'autres substances minérales. Une fois sorti du four, il subit un refroidissement rapide avec un jet d'eau qui lui donne une structure vitreuse apte à réagir en présence de l'hydroxyde de calcium libéré par l'hydratation du ciment. L'utilisation de ce sous produit date de plus d'une centaine d'années où on enregistra la première production d'un ciment au laitier en Allemagne

(1892) puis aux USA (1896) [86]. Cependant, son utilisation a rencontré des difficultés à cause des faibles résistances engendrées. Progressivement, cette inquiétude a disparu grâce à une optimisation entre les propriétés chimiques, le taux de verre et l'activité, ce qui a rendu le ciment au laitier très répandu aujourd'hui. Son utilisation en cimenterie s'est étendue à travers le monde à cause de ses performances mécaniques, de son économie et de sa valeur écologique.

2.3.1.3. Pouzzolane naturelle

La pouzzolane est une roche naturelle correspondant à des projections volcaniques, scoriacées, essentiellement stromboliennes et basiques, c'est-à-dire d'une composition basaltique, sa couleur varie généralement du noir au rouge selon le degré d'oxydation du fer, présent respectivement sous forme de magnétique ou d'hématite.

Avant la découverte du ciment Portland, on n'utilisait à l'échelle mondiale que des liants composés de pouzzolane et de chaux. Puis leur utilisation fut délaissée à cause de leurs faibles résistances et de la lenteur de leur prise. Toutefois grâce à ses avantages techniques, la pouzzolane naturelle est devenue très pratique dans la construction, en y substituant le ciment Portland.

Le ciment à la pouzzolane naturelle fut employé en Italie en 1910, seulement sa fabrication n'a pas été développée à cause de la baisse considérable de ses résistances mécaniques. Ainsi son utilisation s'est orientée uniquement vers les ouvrages maritimes. Après des progrès conséquents dans la maîtrise de son activité, le ciment à la pouzzolane devint normalisé dans le code italien en 1929 [87]. Aux USA, un ciment à la pouzzolane a été utilisé entre 1910 et 1912 pour la construction de l'aqueduc de Los Angeles. Dans les années trente, la California Division of High Ways s'est servi d'un ciment à la pouzzolane résistant aux sulfates pour la construction du Golden Gate à San Francisco. En 1935, un ciment Portland à la pouzzolane a été mis en œuvre dans la construction du barrage de Bonneville sur le fleuve Columbia [87]. Aujourd'hui, plusieurs pays utilisent la pouzzolane naturelle dans l'industrie cimentaire tels que la Chine, l'Allemagne, la Grèce, la Turquie, le Mexique et l'Algérie.

2.3.1.4 Fumée de silice

La fumée de silice est un sous produit industriel résultant du dépoussiérage des fumées issues des fours à arcs électriques dans lesquels sont élaborés du silicium et

d'autres alliages. La fumée de silice se combine avec l'oxygène de l'air pour donner de l'oxyde de silicium SiO_2 en quantité prédominante ($> 90\%$). La taille fine de ses particules permet d'étendre la granulométrie de l'ensemble du squelette granulaire du ciment en comblant les vides et en augmentant la compacité. De plus, sa structure amorphe permet de déclencher une réaction pouzzolanique par la consommation de la chaux et la création de nouveaux hydrates.

La fumée de silice a été introduite dans le ciment par les Norvégiens; en 1952 Bernhart [88] mettait en évidence l'amélioration des résistances mécaniques apportées par cette addition. La première utilisation de la fumée de silice dans le béton de construction a eu lieu en 1971 à la fonderie de Fiskaa en Norvège [89]. Depuis 1979, les ciments Islandais renferment de 6 à 7 % de fumée de silice. Au Canada, les ciments produits par Several Canadian Cement Companies contiennent près de 7 à 8 % de fumée de silice [88]. Aujourd'hui cet ajout est très répandu dans le monde par son incorporation lors de la confection des nouveaux bétons où ses performances apportées ne sont plus à discuter.

2.3.1.5. Cendres volantes

Les cendres volantes sont de fines particules résultant de la combustion du charbon dans les centrales thermiques. Leurs particules ont une forme sphérique avec un diamètre allant de 1 à 150 μm . En 1937, Davis de l'Université de Californie présenta une étude sur l'utilisation des cendres volantes en cimenterie. En 1948, la construction du barrage de Hungry Horse aux USA [90,91] fut la première application pratique. Depuis, les études se sont multipliées et l'utilisation de ses cendres s'est énormément répandue grâce aux améliorations apportées au béton et à l'économie enregistrée par leur emploi.

2.3.2. Action des additions minérales sur les matériaux cimentaires

Il existe plusieurs mécanismes de l'action des additions minérales qui induisent des modifications dans la rhéologie de la pâte du ciment ou du béton. Les avantages de ces additions sont généralement attribués à la morphologie de la surface texturale, la distribution granulaire et le potentiel zêta qui influent sur la rhéologie des matériaux cimentaires [92,93].

2.3.2.1. Effet de la densité de l'addition

Lorsque le ciment Portland est remplacé par une addition minérale de poids spécifique inférieure, il résulte un grand volume de pâte qui nécessite plus d'eau de gâchage pour recouvrir tous les grains. L'utilisation de la zéolite naturelle, ayant un poids spécifique de 2.2 g/cm^3 inférieur de celui du ciment (3.1 g/cm^3), diminue l'ouvrabilité du béton ce qui conduit à l'utilisation de superplastifiant pour maintenir une ouvrabilité constante (figure 2.15). Ce besoin en superplastifiant ne suit pas une progression linéaire avec le taux de substitution tels que l'incorporation de 30% de zéolite naturelle nécessite trois fois la quantité de superplastifiant d'un béton contenant 15% de cette addition [94]. Similaires observations ont été aussi révélées par Şahmaran [95] et Ahmadi et Shekarchi [96] où cette addition peut être utilisée comme agent de viscosité pour les coulis de ciment.

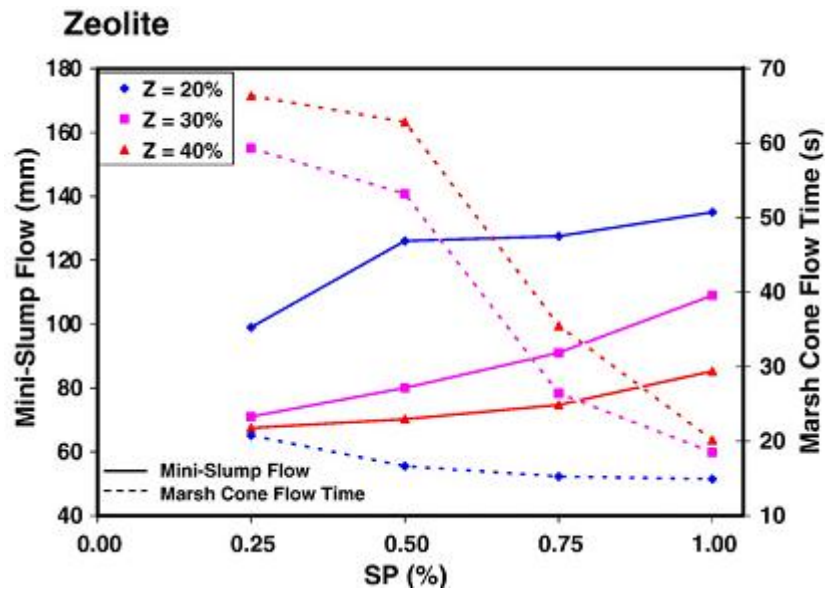


Figure 2.15: Variation du temps d'écoulement et de l'étalement en fonction du taux de substitution du ciment et du dosage en superplastifiant [95].

2.3.2.2. Effet de la morphologie

La morphologie des particules des additions minérales a une influence considérable sur le comportement rhéologique des matériaux cimentaires. Les résultats présentés sur la figure 2.16 montrent que la substitution d'une partie du ciment par des cendres volantes dans une formulation de béton conduit à la réduction progressive du dosage en eau pour une même consistance en raison du caractère sphérique non poreux des particules de cendres volantes [97]. Dans le même contexte, Lange et al. [98] ont conclu que pour une fluidité donnée, l'introduction d'une quantité spécifique de cendres volantes réduisait la quantité d'eau de gâchage et augmentait la fluidité du mélange. Ce comportement a été

expliqué par la forme sphérique des particules qui facilitent l'empilement granulaire et réduisent les frictions inter-particulaires [99]. La forme sphérique réduit aussi le rapport de la surface par le volume des particules, ce qui engendre une demande en eau dans le mélange, plus réduite [100]. D'autre part, la combinaison de la fumée de silice avec le superplastifiant améliore l'ouvrabilité du béton et contribue à la dispersion des grains de ciment [101]. Buil et *al.* [102] montre que les fumées de silice de granulométrie plus étendue sont plus favorables au maintien de la maniabilité des bétons.

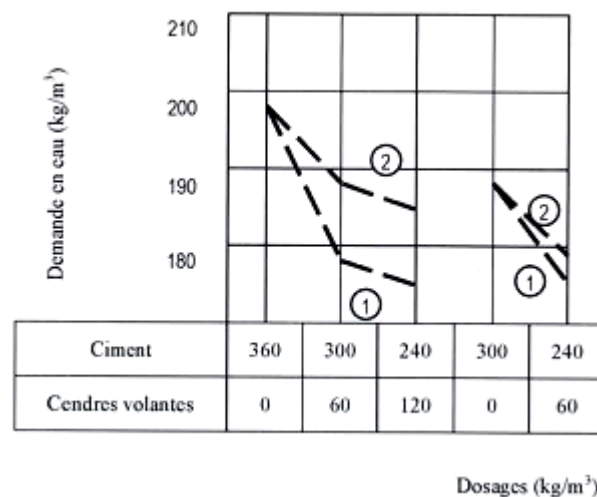


Figure 2.16 : Réduction de la demande en eau apportée par l'introduction de deux cendres volantes 1 et 2 dans une formulation de béton [97]

2.3.2.3. Effet de la surface spécifique

L'addition des ajouts minéraux au ciment Portland peut produire plusieurs modifications au sein du squelette solide du mélange. La petite taille des particules des ajouts comble les vides interstitiels et augmente la densité de la matière. Par conséquent, l'eau attrapée dans les pores granulaires est libérée ce qui augmente la compacité de la pâte, améliore l'ouvrabilité et diminue la demande en eau [103, 104, 105]. Plusieurs recherches montrent que l'augmentation de la surface spécifique des fillers entraîne une altération des propriétés d'écoulement (à teneur en eau fixée) que ce soit à l'échelle de la pâte, du mortier [106,107] ou du béton [108]. La figure 2.17 montre une augmentation du seuil de cisaillement et de la viscosité du béton avec l'augmentation de la surface spécifique du filler [109]. Par contre, El Hilali [110] a remarqué que la finesse des fillers calcaires influe de manière significative sur la quantité d'eau nécessaire pour remplir les vides dans la pâte de ciment. Le même auteur a montré que la viscosité des pâtes autoplaçantes diminue légèrement avec l'augmentation de la finesse des additions calcaires, ce qui implique une réduction du seuil de cisaillement des pâtes de ciments.

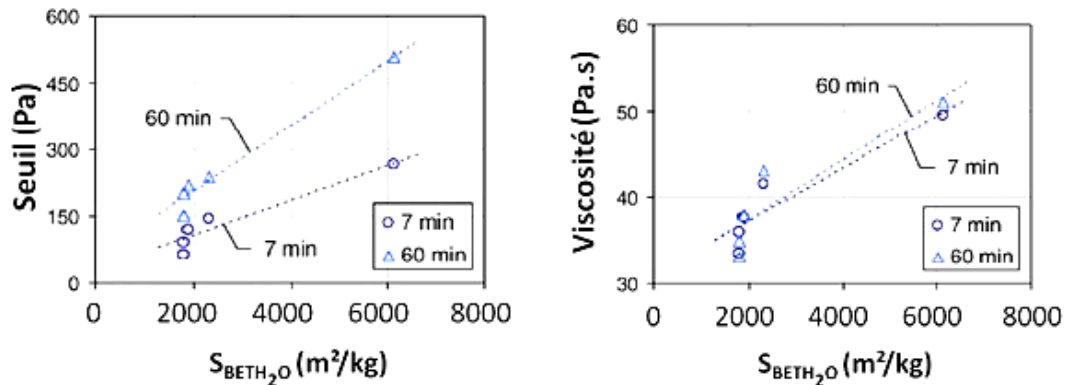


Figure 2.17 : Évolution des propriétés rhéologiques des BAP en fonction de la surface spécifique de l'addition minérale [109].

Park et *al.* [81] ont observé une diminution de la viscosité plastique des pâtes contenant du laitier de hauts fourneaux de surface spécifique élevée ($5962 \text{ cm}^2/\text{g}$) par rapport à celle du ciment ($3290 \text{ cm}^2/\text{g}$). Cela a été expliqué par l'apparition de petites particules sphériques de laitier (taille moyenne $8,07 \mu\text{m}$) entre de grosses particules de ciment (taille moyenne $18,07 \mu\text{m}$). De même Atzeni et *al.* [111] et Wu et Roy [112] ont constaté que les paramètres rhéologiques, le seuil de cisaillement et la viscosité plastique peuvent augmenter ou diminuer avec un additif de laitier, cela dépend de la relation entre la surface spécifique du ciment et du laitier.

En étudiant la contribution des additions minérales aux propriétés physiques, mécaniques et de durabilité des mortiers, Bessa [113] trouvait que l'effet granulaire des additions minérales sur les formulations des mortiers non adjuvants dépend en premier lieu de la finesse et de la quantité de l'addition introduite (figure 2.18).

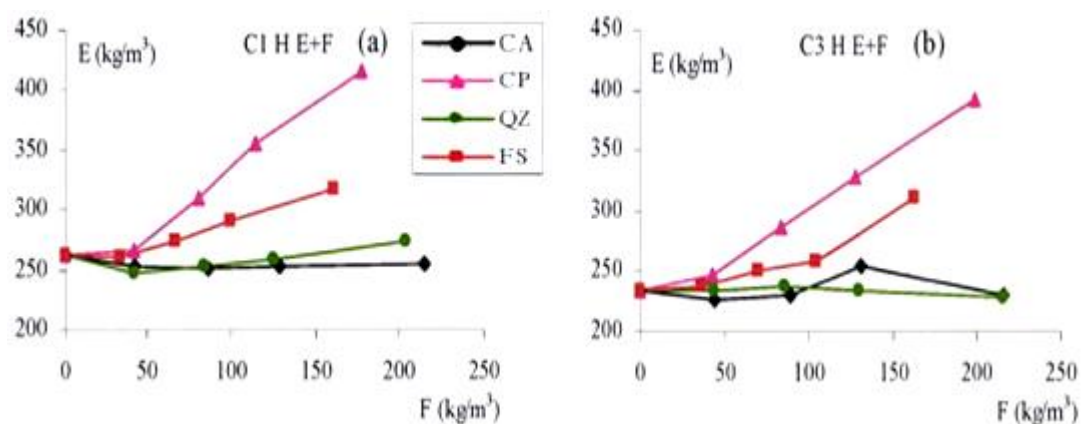


Figure 2.18 : Besoin en eau des mortiers CEM II – additions non adjuvantes en fonction du dosage en additions minérales (CA (Calcite), CP (Calcite Précipitée), QZ (Quartz), SF (Fumée de Silice)) [113].

2.3.2.4. Effet de la distribution granulaire

L'incorporation des additions minérales entraîne une modification de la distribution granulaire, l'apparition de nouveaux sites de nucléation et une nouvelle activité des surfaces des grains ce qui amène à améliorer l'ouvrabilité du béton. De Larard et *al.* [114] ont montré, avec les résultats présentés sur la figure 2.19, que l'amélioration de la maniabilité des mortiers et des bétons varie selon la quantité de fumée de silice incorporée qui modifie la distribution granulaire du mélange.

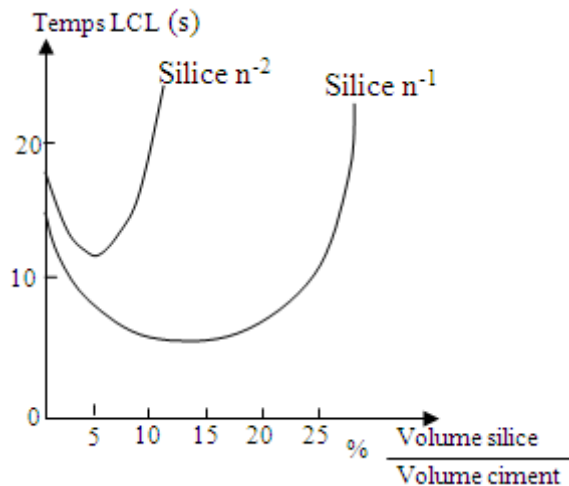


Figure 2.19 : Effet de la fumée de silice sur la maniabilité d'un mortier [114].

Tsivilis et *al.* [115], ajoutent que la distribution des tailles des particules du ciment au calcaire dépend du dosage en calcaire et de la finesse des grains qui offre une ouvrabilité satisfaisante. Le clinker adhère mieux au calcaire et la demande en eau diminue par rapport à celle du ciment Portland. A chaque rapport E/C correspond un dosage optimum en filler calcaire qui peut assurer un écoulement optimal du mélange cimentaire [103]. Les auteurs expliquent que les particules fines du filler calcaire améliorent l'arrangement total des particules dans la matrice, remplissent les vides disponibles entre les particules du mortier et augmentent la compacité du mélange [103]. Par conséquent la quantité d'eau qui occupait ces vides est libérée dans la solution interstitielle, ce qui se traduit par une meilleure fluidité. Chen et *al.* [116] ont montré que l'action des additions minérales sur l'ouvrabilité du béton et encore plus marquée par leur distribution granulaire ou certaines additions minérales comme la fumée de silice possède une distribution granulaire différente à celle du ciment (figure 2.20.a) qui améliore la compacité de la matrice cimentaire et réduit le volume des vides (figure 2.20.b). L'amélioration de la compacité induit une libération de l'eau et diminue l'effet négatif de la finesse de la fumée de silice sur les paramètres rhéologiques (figure 2.20.c).

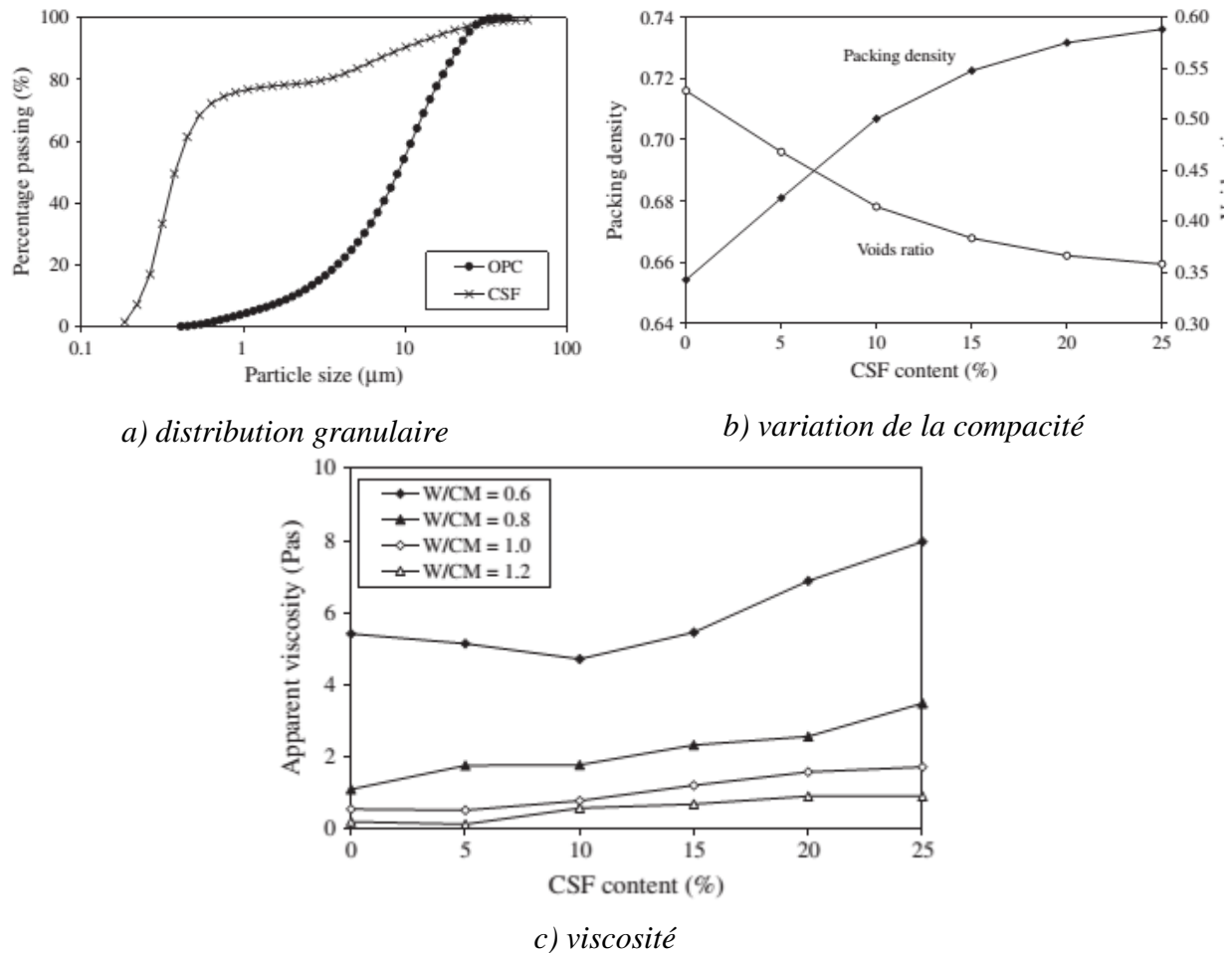


Figure 2.20 Effet de la distribution granulaire de la fumée de silice sur la variation de la viscosité [116].

2.3.2.5. Effet du potentiel Zêta

Il existe plusieurs mécanismes de l'action des additions minérales qui induisent des modifications rhéologiques dans la pâte du ciment ou du béton. Les avantages de ces additions sont généralement attribués à la finesse de leurs particules et à l'activité de leurs surfaces. Cette activité est en relation directe avec le potentiel Zêta des substances qui présente un intérêt primordial dans l'électrocinétique de la solution et dans la distribution de charge sur les surfaces des grains. Les travaux de Chu et *al.* [117] montrent un potentiel Zêta négatif de la suspension à la fumée de silice avec une valeur absolue croissante avec le pH de la solution. Cette valeur négative est due à l'adsorption des ions d'hydroxyle par la surface de la fumée de silice.

Des observations similaires sont constatées dans les travaux de Dahl et Meland [118] où les pouzzolanes présentent des potentiels négatifs dans l'eau, alors qu'en présence de chaux (pH=11.6), les cendres volantes changent de polarités et la fumée de silice trouve son potentiel réduit et s'approchant de zéro; ce qui conduit à une coagulation des grains.

En ajoutant à la solution des adjuvants organiques (ligno-sulphonate), le potentiel Zêta de la fumée de silice devient négatif, induisant une dispersion des grains.

Nagele [119] observe que le potentiel Zêta d'un ciment au laitier est souvent plus négatif que celui d'un ciment ordinaire à cause de sa cinétique d'hydratation différente (figure 2.21). Les ciments résistants aux sulfates ayant un taux faible en C_3A ou un pourcentage élevé de laitier ont un potentiel Zêta 3 à 4 mV plus négatif que celui du ciment Portland ordinaire. Le laitier des hauts fourneaux diminue le potentiel Zêta du ciment tandis que celui des cendres volantes est affecté systématiquement par sa surface spécifique ; une grande surface spécifique des cendres volantes engendre une élévation du potentiel Zêta. Wu et Roy [112] observent une amélioration remarquable de la rhéologie de la pâte de ciment contenant 50% de laitier par rapport à celle de la pâte du ciment ordinaire. Ceci est imputé aux valeurs négatives du potentiel Zêta du laitier qui provoque une plus grande surface négative des particules des grains de la suspension en créant ainsi une meilleure dispersion.

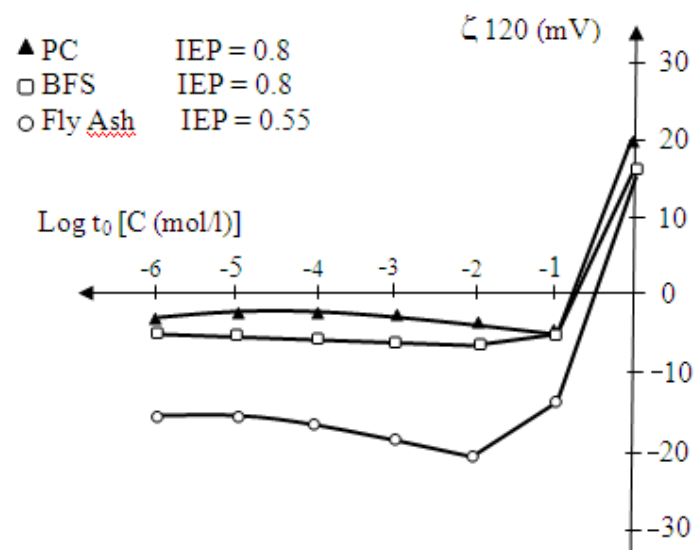


Figure 2.21 : Potentiel zêta du ciment Portland, ciment au laitier de haut fourneau et des cendres volantes en fonction de la concentration en sel [119].

2.4. Effet des additions minérales sur la rhéologie

2.4.1. Effet du type de l'addition

L'incorporation de fumée de silice rend parfois le béton collant, bien que les avis soient partagés sur cet aspect. Pour certains auteurs [81, 120, 121], elle augmente le seuil de cisaillement et la viscosité tout en améliorant la compacité des mélanges. En revanche,

Carlsward et *al.* [122], constatent que la fumée de silice ne modifie pas la viscosité par rapport à la rhéologie d'un mélange de référence. Dans le même sens, Ferraris et *al.* [120], montrent que l'utilisation de la fumée de silice augmente la demande en eau et en superplastifiant que ce soit pour des pâtes de ciment ou bien pour des bétons. Selon les résultats d'Aitcin et *al.* [70], la viscosité augmente rapidement en fonction du dosage en fumée de silice sans l'utilisation de superplastifiant. Park et *al.* [81] ont montré, en étudiant les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires contenant des additions minérales en utilisant le rhéomètre, que dans les mélanges ciment-additions de fumée de silice, le seuil de cisaillement et la viscosité plastique augmentent en fonction de l'augmentation du taux de substitution du ciment par l'addition (figure 2.22).

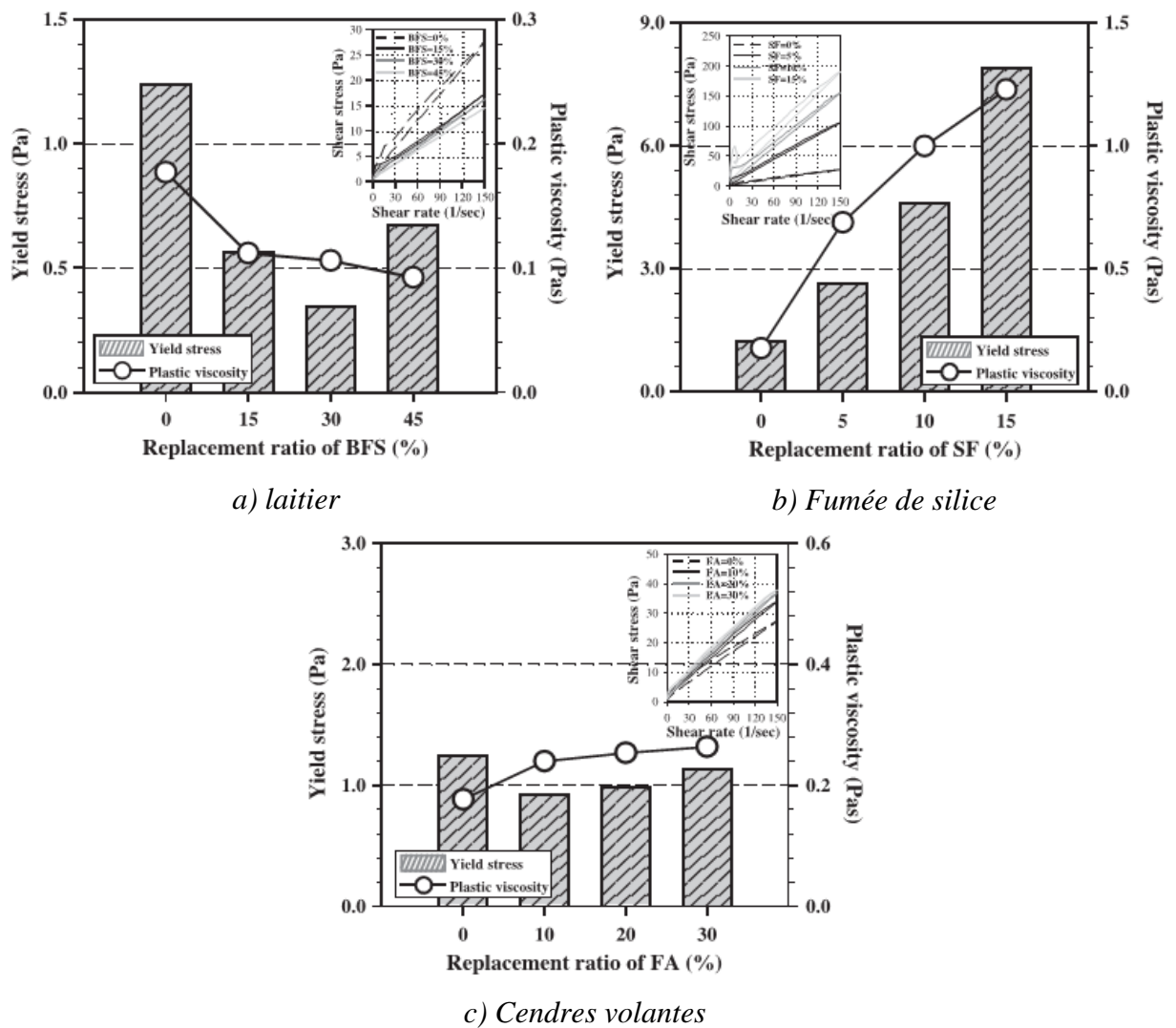


Figure 2.22 : Effets du type de l'addition minérale sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment [81].

Le filler calcaire semble avoir une faible influence sur la demande en eau, et peut conduire à une légère diminution de la viscosité du mélange cimentaire [123,124]. Ceci peut justifier l'utilisation de cette addition à des dosages élevés dans la formulation des bétons (BAP et BHP). Cependant, plusieurs auteurs ont remarqué que, pour un dosage constant en ciment (ou un rapport E/C constant), l'ajout du filler calcaire contribue à diminuer la viscosité d'une pâte de ciment (malgré l'augmentation de la concentration volumique en solides), avant de provoquer une augmentation de la viscosité lorsque son dosage dépasse une certaine valeur critique, qui dépend du rapport E/C [23,103].

Sur une étude de l'effet des additions ultrafines sur les propriétés rhéologiques des pâtes de ciment, Zhang et Han [23] ont conclu que le seuil de cisaillement augmentait avec la quantité d'addition ultrafine incorporée, mais la viscosité de la pâte variait avec la nature et la quantité d'addition.

2.4.2. Effet du taux de substitution

Pour la fabrication des bétons de hautes résistances et auto-compactants, la figure 2.21 présente que l'ouvrabilité d'un béton augmente avec le pourcentage de fumée de silice pour un rapport eau/liant constant [125]. Lorsque les fillers calcaires sont ajoutés au béton, les propriétés rhéologiques résultant sont liées à la quantité incorporée. Le tableau 2.1 illustre les résultats de différents tests sur des bétons autoplaçants où après un certain seuil la dégradation des comportements rhéologique est significative [126]. De même, les tests effectués par Shen [127] dans le laboratoire LGC, ont conduit à trouver une fourchette d'étalement de 34 à 36 cm pour le mortier constitué du CEM I 52,5R.

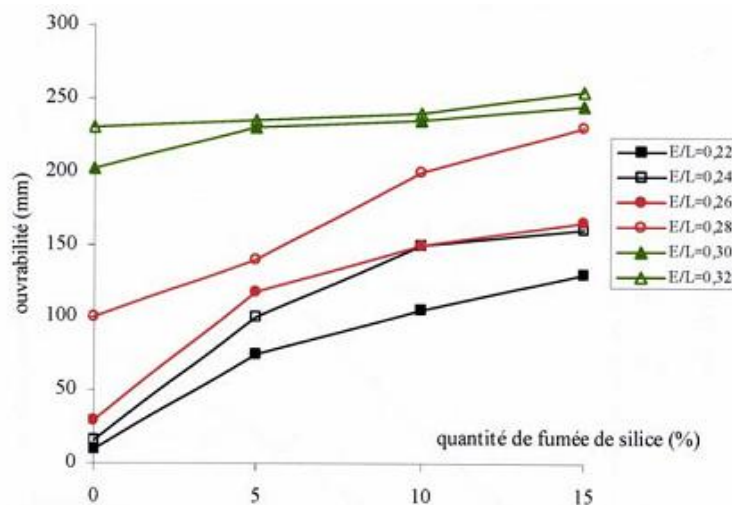


Figure 2.23 : Variation de l'ouvrabilité d'un béton en fonction du pourcentage de fumée de silice pour différents rapports eau/liant [125]

Tableau 2.1 : Propriétés du béton autoplaçants en présence des fillers calcaires [126]

% de LP	Essais	Affaissement (mm)	Étalement (sec)	V funnel (sec)	Boîte en L (h2/h1)	Boîte en U (mm)
0	RM	630	3.47	7.6	0.68	12
5	M1	637	4.1	8.4	0.74	16
10	M2	651	4.27	9.2	0.79	21
15	M3	665	4.43	10.5	0.85	24
20	M4	674	4.57	11.3	0.92	28
25	M5	585	5.4	13.5	1.2	33
30	M6	576	6.15	14.7	1.6	37
RL	-	600-800	2-5	6 -12	0.8-1	0-30

Plusieurs recherches ont été conduites pour modifier les propriétés rhéologiques et mécaniques en utilisant les particules fines du laitier. Il a été constaté que cet ajout augmente l'étalement de la pâte fraîche et densifie la microstructure due à son activité hydraulique latente [81]. La demande en eau des ciments au laitier est plus faible que celle des ciments purs due au retardement de l'hydratation du laitier. L'addition d'un laitier moins réactif que le ciment réduit la quantité d'ettringite formée au jeune âge d'hydratation causant ainsi une amélioration de l'ouvrabilité du mortier [128]. Shafigh et *al.* [129] ont conclu que le niveau optimal de substitution du laitier pour atteindre une maniabilité maximale, pour un béton léger, se situe entre 20 et 30%.

L'incorporation de la pouzzolane naturelle au ciment a des avantages sur les propriétés rhéologiques du béton à l'état frais. La pouzzolane participe à l'obtention d'une ouvrabilité satisfaisante avec une légère perte pour des taux élevés comme le montrent les résultats illustrés sur le tableau 2.2 [130]. L'utilisation croissante de la pouzzolane naturelle entraîne une diminution des diamètres d'étalement, cette diminution de l'étalement est due à la forte demande en eau et en superplastifiant de la pouzzolane utilisée. Ce résultat peut être traduit par la finesse élevée de cette addition minérale par rapport à la finesse du ciment, et aussi par la présence d'alumine (Al_2O_3) dans la pouzzolane naturelle. Ce composant chimique a une influence sur la consommation du superplastifiant qui a pénalisé l'étalement [131].

Tableau 2.2 : Caractérisation des bétons d'étude à l'état frais. [130].

Essais \ Bétons		BT (0%)	B1 (10%)	B2 (15%)	B3 (20%)	B4 (25%)	B5 (30%)	B6 (35%)
ETALEMENT	Ø (cm)	70	70	69.5	69	68.5	68.5	68
	T 50 (s)	2.3	2.3	2.3	2.3	2.1	2.1	2
Boite en L	H1/H2	0.81	0.81	0.81	0.82	0.83	0.83	0.83
	T20(s)	1.1	1.1	1.1	1	1	1	1
	T40(s)	3.5	3.5	3.5	3.2	3.1	3.1	3.1
	T60(s)	5.8	5.8	5.7	5.6	5.6	5.6	5.6
Stabilité au tamis (%)		7.66	7.87	7.96	8.34	8.67	8.86	9.07
J-Ring	2hr-hm (mm)	11.1	11.07	11.67	10.46	10.34	10.26	10.08
Essai de ressuage (‰)		1.12	1.07	1.07	1.05	1.05	1.04	1.02

2.4.3. Effet du taux de verre

Shi et *al.* [121] ont étudié l'ouvrabilité du béton au laitier des hauts fourneaux en modifiant sa teneur en verre par un procédé de traitement et observent que l'ouvrabilité augmente avec le taux de substitution et d'autant plus avec celui ayant une plus grande phase vitreuse comme le montre la figure 2.24. Bien que les particules fines d'une addition minérale soient moins réactives que les grains de ciment, elles génèrent une multitude de sites de nucléation pour la précipitation des hydrates. La pâte devient plus homogène et plus dense avec des pores plus fins [121].

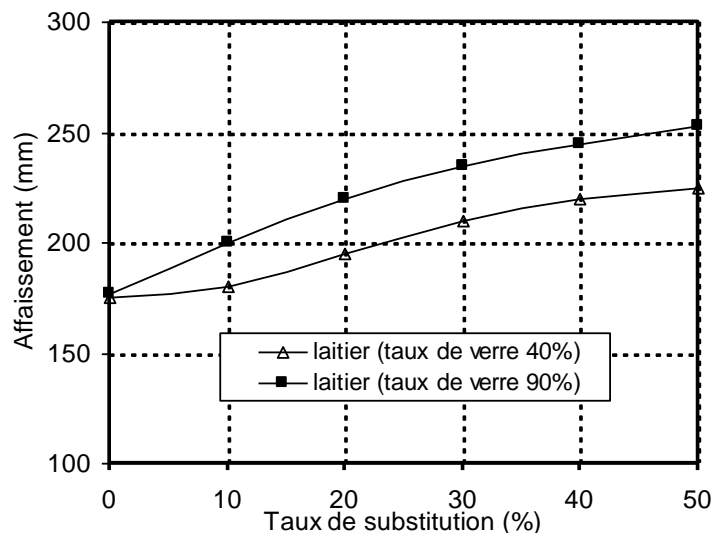


Figure 2.24 : Effet du taux de substitution sur l'ouvrabilité du béton au laitier pour deux taux de verre [121].

2.5. Effet combines superplastifiant- additions minérales

Lorsque le superplastifiant étant dosé à saturation, l'introduction de fumée de silice n'augmente que légèrement la viscosité [70]. Par ailleurs, les viscosités des coulis contenant de la fumée de silice augmentent beaucoup plus rapidement avec le temps que celles des coulis sans fumée de silice. Kara Ali [132] a montré, en étudiant l'action de l'adjuvant fluidifiant sur la réduction du besoin en eau des mortiers avec additions, que la réduction du besoin en eau des mortiers croît avec l'augmentation du dosage en adjuvant fluidifiant indépendamment de la nature de l'addition. Uchikawa et *al.* [133], ont trouvé, en étudiant l'influence des superplastifiants et de certaines additions minérales sur le comportement rhéologique des mélanges cimentaires, que l'ajout de superplastifiant à base de naphthalène produit une très grande dispersion de toutes les particules de ciment dans la solution aqueuse et que les additions minérales se dispersent bien sans trop flocculer au sein de la pâte de ciment. Des travaux menés par Bessa [113] sur l'effet des additions minérales sur le besoin en adjuvant ont montré que le besoin en adjuvant des mortiers nécessaire pour s'affranchir de l'effet granulaire des additions minérales dépend en premier lieu de la quantité et de la finesse de l'addition incorporée, indépendamment du type de ciment.

Une certaine interaction entre le superplastifiant et différents fillers a été observée par Sheinn et *al.* [134]. En absence de superplastifiant, la granularité et la géométrie des particules de différentes additions minérales ou différents types de ciment a une influence sur les performances des matrices cimentaires. En présence de superplastifiant dans la matrice cimentaire, les propriétés rhéologiques semblent varier en fonction de la réactivité des particules et de l'affinité entre superplastifiant et additions minérales et/ou type de ciments. Burgos-Montes et *al.* [83] ont étudié l'effet combiné entre le calcaire et différents superplastifiants. Ils ont trouvé que le seuil de cisaillement d'un ciment au calcaire diminue avec même des petits dosages de superplastifiant, tels que 0,16% de PCE fait chuter le seuil de cisaillement de 78% pour un ciment au calcaire et 53% pour ciment ordinaire.

Les résultats conduits sur les BAP frais, en utilisant l'essai de slump flow, J-Ring et L-Box, montrent que l'ajout de fillers ayant une grande surface de Blaine améliore la fluidité du BAP. De même, il apparaît que la finesse des fillers influe sur la demande en superplastifiant de façon significative. Une étude expérimentale fut réalisée par Saada et *al.* [134] où des ciments de finesse variable ont été recomposés en mélangeant en proportions

variables un ciment Portland à des fillers calcaires ou siliceux. Les résultats, illustrés sur la figure 2.25, montrent que le seuil de cisaillement, mesuré pour plusieurs surfaces spécifiques et différents superplastifiants, augmente avec la finesse et que l'efficacité de l'adjuvant dépend de la nature du filler [135].

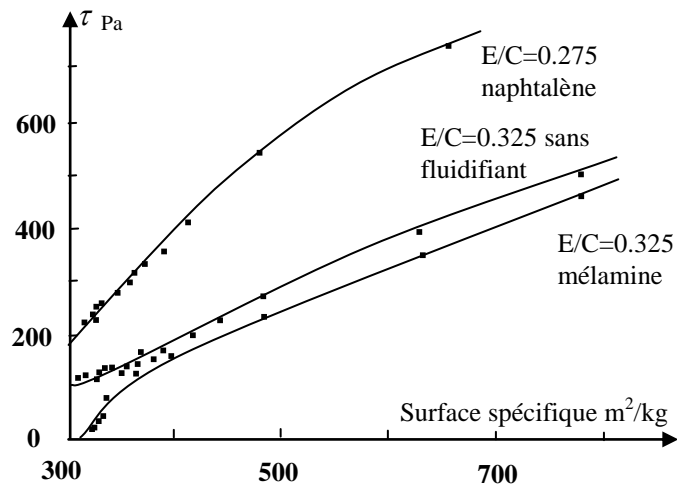


Figure 2.25 : Influence de la surface spécifique du ciment sur le seuil de cisaillement [135]

Le laitier présente des caractéristiques intéressantes en tant qu'addition minérale surtout par rapport à la constance de sa composition chimique [136]. D'après Park et *al.* [81], le remplacement d'une partie du ciment par des laitiers de hauts fourneaux en présence de superplastifiant permet globalement de réduire le seuil de cisaillement et la viscosité des pâtes de ciment. Grzeszczyk and Janowska-Renkas [137] montre que la granulométrie du laitier à haut fourneau a une influence considérable sur la rhéologie, ils ont trouvé que le laitier à haut fourneau de particules fines ($< 20\mu\text{m}$) conduit à la réduction progressive de la viscosité plastique (figure 2.26). Ils expliquent ce fait par la forte demande en superplastifiant de laitier utilisée. Shi et *al.* [121] avaient montré que le laitier de haut fourneau adsorbe le superplastifiant, ce qui impliquerait une demande plus importante en superplastifiant pour obtenir une même fluidité ou une même valeur du seuil de cisaillement.

Bien que la zéolite provoque une augmentation des propriétés rhéologiques des mortiers, l'ajout d'un superplastifiant demeure nécessaire pour réduire la valeur du seuil de cisaillement et la viscosité plastique comme illustré sur les travaux de Şahmaran et *al.* [95] représentés sur la figure 2.27. Les caractéristiques des pâtes de ciment Portland contenant différentes quantités de pouzzolanes naturelles ont été étudiées par Colak [138] où la

substitution du ciment par la pouzzolane engendre une augmentation du besoin en eau des pâtes de ciment à maniabilité constante. L'addition de 1% de SP à base de naphthalène entraîne une réduction significative du rapport eau/ (ciment+pouzzolane).

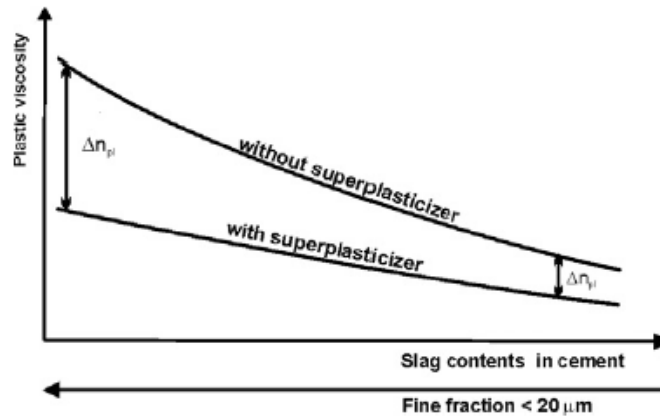


Figure 2.26 : L'influence du laitier à haut fourneau et les fractions fine dans le ciment (C1) sur la viscosité plastique des pâtes avec et sans superplastifiant [137].

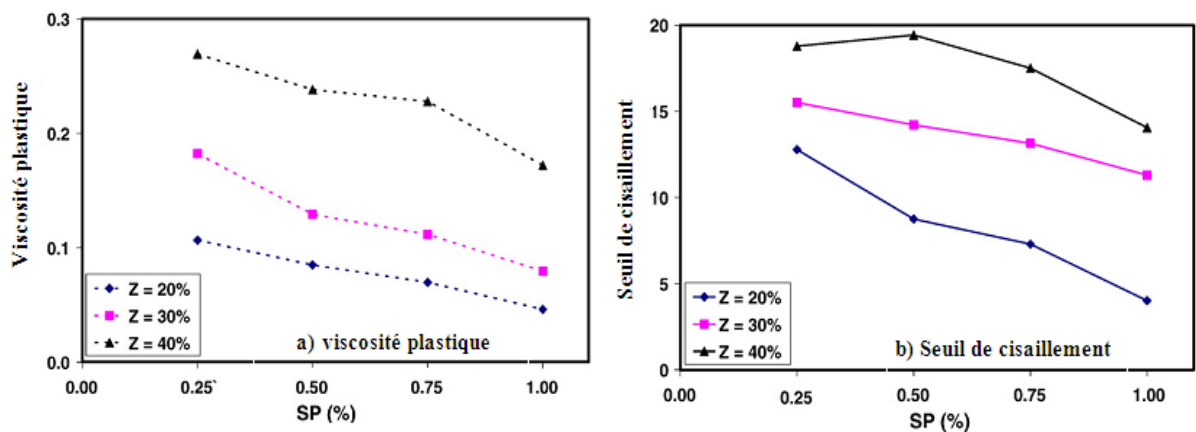


Figure 2.27 : Effet de la zéolite sur le seuil de cisaillement et la viscosité plastique des coulis en présence du superplastifiant [95]

2.6. Conclusion

De nos jours, il est impossible de confectionner un béton spécial (BHP, BAP, BAN) sans l'introduction de produits additifs conduisant à améliorer certaines de ses propriétés. Les additions organiques et minérales disponibles doivent être caractérisées et sélectionnées pour apporter leurs contributions sur l'amélioration des propriétés rhéologiques, mécaniques ou de durabilité. Certaines additions minérales sont utilisées par certaines cimenteries en Algérie et certains superplastifiants sont déjà commercialisés, ce qui conduit à lancer une étude expérimentale pour déterminer les effets de ces produits sur les paramètres rhéologiques des matériaux cimentaires.

Chapitre 03

Matériaux et méthodes d'essais

3.1. Introduction

Le but de ce travail est d'étudier les propriétés rhéologiques des matériaux cimentaires à base des additions minérales et des adjuvants fluidifiants afin de contribuer à dégager des règles de formulation des bétons utilisés pour la réalisation des ouvrages sur des bases rationnelles. L'enjeu économique visé par cette recherche est également important ; l'utilisation des additions minérales dans le mortier a pour objectif de valoriser une catégorie de matériaux naturels ou sous-produits industriels disponibles. De ce fait, les additions minérales choisies pour l'étude sont courantes, de faible coût, et sont déjà utilisées comme ajouts au ciment composé CEM II dans différentes cimenteries ou comme additifs sur chantier. Il s'agit des additions calcaires, de pouzzolanes naturelles, de laitier granulé des hauts fourneaux et de la fumée de silice. Ces additions sont différentes par leurs natures minéralogiques, chimiques et morphologiques

La maîtrise du comportement rhéologique du mortier a été réalisée par l'introduction de deux adjuvants superplastifiants hauts réducteurs d'eau, conformes à la norme EN 934-2. Cela permettra de juger l'influence de la nature de l'adjuvant superplastifiant sur les propriétés rhéologique des matériaux cimentaires et son interaction avec les différents composants du mélange (ciment et additions). L'étude expérimentale a été réalisée au niveau du laboratoire de Mécanique et Matériaux du Génie Civil de Cergy Pontoise France sous des conditions climatiques ambiantes.

3.2. Matériaux utilisés

3.2.1. Ciment

Le ciment Portland utilisé est de type CEM I 52,5R (NF P 15-301), commercialisé par la société ciments Calcia. Les principales propriétés chimiques, physiques et minéralogiques de ce ciment sont données dans le tableau 3.1.

3.2.2. Additions minérales

Pour donner à l'étude un caractère pertinent et assez généralisé, il a été décidé de procéder aux travaux de recherche en considérant des additions minérales de finesses et de natures minéralogiques différentes disponibles comme gisements naturels ou sous-produits industriels. Le programme expérimental a pour objet de mettre en évidence tous les effets

physiques et chimiques engendrés par les additions minérales sur la matrice cimentaire à l'état frais et comparer les résultats obtenus avec les travaux antérieurs.

Quatre additions minérales différentes par leurs natures minéralogiques, morphologiques et chimiques ont été utilisées dans cette étude ; une addition calcaire (LP), une addition de laitier (BFS), une addition de pouzzolane naturelle (NP) et une addition de fumée de silice (SF). La figure 3.1 présente les courbes granulométriques des matériaux utilisés obtenues par granulométrie laser.

Tableau 3.1 : Caractéristiques chimique, physique et minéralogique du ciment.

COMPOSITION CHIMIQUE									
SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	SO ₃	PAF	total
20.3	5.20	3.1	64.0	0.9	0.21	0.8	3.1	2.2	99.8
CARACTERISTIQUES PHYSIQUE ET MINERALOGIQUE									
Densité	Surface Spécifique Blaine (cm ² /g)			C ₃ S	C ₂ S	C ₃ A	C ₄ AF	total	
3.1	4000			41.8	33.3	5.1	10.7	90.9	

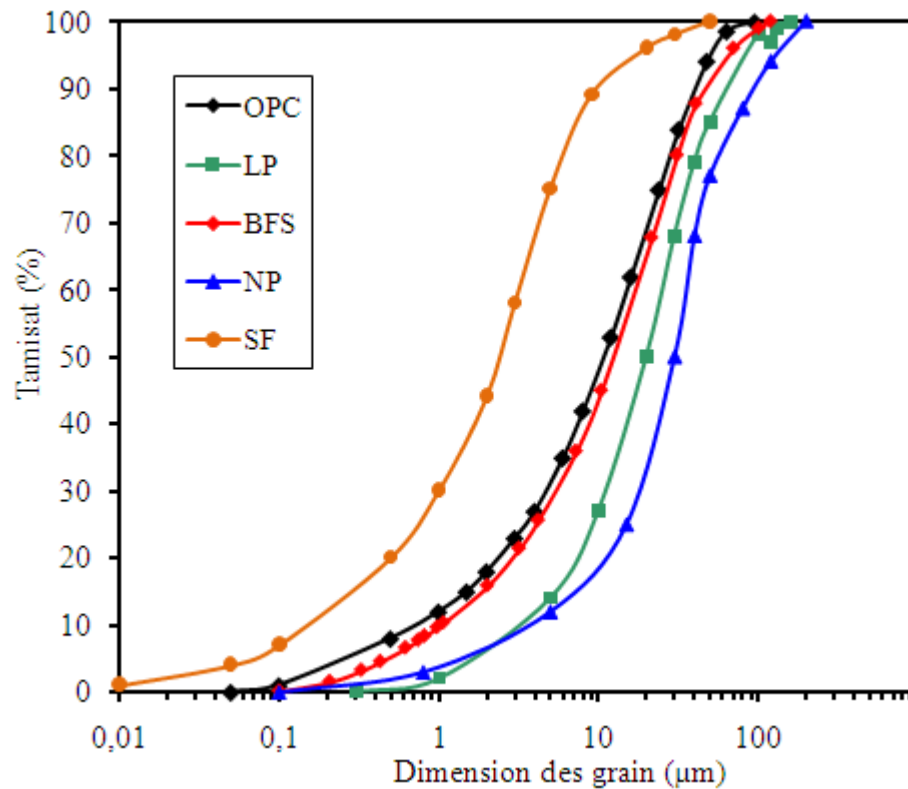


Figure 3.1 : Courbes granulométriques des matériaux utilisés

3.2.2.1. Calcaire (LP)

Le calcaire est une roche sédimentaire dont le composant principal est le carbonate de calcium CaCO_3 . Ces calcaires se trouvent en grandes quantités sur l'écorce terrestre et presque toujours accompagnés de diverses substances considérées comme des impuretés d'où la rareté de trouver des calcaires purs. Des quantités abondantes recouvrent le Nord du pays sous différentes formes ; roches, marnes et tufs. Le calcaire est l'élément de base de la fabrication du clinker et pour les nouveaux ciments composés il est introduit, sans calcination, pour régler certaines propriétés de prise et de durabilité.

Dans cette étude, les additions calcaires sont obtenues par broyage d'un gisement naturel de calcite cristallisée à plus de 99 %, provenant d'un gisement de calcaire situé à Oued Sly wilaya de Chlef à l'Ouest de l'Algérie. Le tableau 3.2 illustre quelques caractéristiques de ce produit.

Tableau 3.2 : Caractéristiques chimique et physico-mecaniques du calcaire.

COMPOSITION CHIMIQUE									
Si O ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Ca O	Mg O	Na ₂ O	K ₂ O	MgO	PAF	total
2.5	0.6	0.9	52.6	0.5	0.02	0.05	0.5	41.9	99.57
CARACTERISTIQUES PHYSICO-MECANQUES									
Densité	Pouzzolanicité	Surface Spécifique Blaine		Résistance Mécanique (granulat)					
2.7	–	3400 cm ² /g		–					

3.2.2.2. Laitier (BFS)

Le laitier des hauts fourneaux est un sous produit de la fabrication de la fonte des usines sidérurgiques. Sa production est liée à celle des fontes à partir desquelles seront élaborés les aciers. En Algérie, le complexe sidérurgique d'El-Hadjar compte un tonnage impressionnant de laitier (700 000 tonnes/an) sous différents aspects. Ce matériau ne trouve son utilisation que dans certains domaines très restreints comme la confection des routes et en cimenterie. Ses particules sont des grains transparents clairs isotropiques désignant le verre de forme angulaire avec un aspect poreux. Les principales caractéristiques de cette matière sont représentées dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Caractéristiques chimique et physico-mecaniques du Laitier.

COMPOSITION CHIMIQUE									
Si O ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Ca O	Mg O	Na ₂ O	K ₂ O	S O ₃	PAF	total
42.20	5.85	1.90	42.20	4.72	0.12	0.43	1.54	0.80	99.76
CARACTERISTIQUES PHYSICO-MECANQUES									
Densité	Taux de verre	Surface Spécifique Blaine		Résistance Mécanique (granulat)					
2.8	80%	3900 cm ² /g		45 kg/cm ²					

3.2.2.3. Pouzzolane (NP)

La pouzzolane est une roche naturelle correspondant à des projections volcaniques scoriacées. Sa couleur varie généralement du noir au rouge selon le degré d'oxydation du fer, présent respectivement sous forme de magnétite ou d'hématite. Les additions de pouzzolane sont obtenues par broyage de la roche naturelle provenant d'un gisement d'origine volcanique de Bouhamdi, situé à 2500 m au sud de Beni-Saf à l'Ouest de l'Algérie. Le tableau 3.4 présente quelques caractéristiques de cette matière.

Tableau 3.4 : Caractéristiques chimique et physico-mecaniques de la pouzzolane.

COMPOSITION CHIMIQUE									
Si O ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Ca O	Mg O	Na ₂ O	K ₂ O	S O ₃	PAF	total
46.40	17.50	10.50	10.50	3.80	3.40	1.50	0.40	4.31	98.31
CARACTERISTIQUES PHYSICO-MECANQUES									
Densité	Taux de verre	Surface Spécifique Blaine		Résistance Mécanique (granulat)					
2.8	15%	3200 cm ² /g		33.2 kg/cm ²					

3.2.2.4. Fumée de silice (SF)

La fumée de silice est un sous-produit de l'industrie de la fabrication du silicium. Elle fut largement étudiée depuis une quinzaine d'années à cause de sa finesse très élevée et sa réactivité importante en présence de la chaux. La fumée de silice densifiée utilisée pour ces essais rhéologique provient de France et elle est commercialisée par Condensil. Le tableau 3.5 récapitule les propriétés de cette addition et sa courbe granulométrique présentée sur la Figure 3.1 témoigne de sa grande finesse.

Tableau 3.5 : *Caractéristiques chimique et physico-mecaniques de fumée de silice.*

COMPOSITION CHIMIQUE									
Si O ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Ca O	Mg O	Na ₂ O	K ₂ O	S O ₃	PAF	Total
89	0.3	0.9	0.3	1.5	0.6	1.7	0.3		
CARACTERISTIQUES PHYSICO-MECANQUES									
Densité	Pouzzolanité	Surface Spécifique (BET)		Résistance Mécanique (granulat)					
2.24	95%	18200 cm ² /g							

3.2.3. Superplastifiant

Pour la présente étude, deux types de superplastifiants ont été utilisés, conforme à la norme EN 206 1. Ils sont fournis par l'entreprise BASF (France) et commercialisés sous les noms GLYNUM SKY (456) à base de polycarboxylate noté PC et le POZZOLITH (390) N à base de Lignosulfonate noté LS. Le tableau 3.6 présente quelques caractéristiques de ces produits.

Tableau 3.6 : *Caractéristiques physico-chimiques des superplastifiants*

Superplastifiant	PC	LS
Teneur en extrait sec	20%	39%
Forme	liquide	liquide
Couleur	brun	brun
PH	7	9.5
Masse volumique	1,05 g/cm ³	1,21 g/cm ³
Dosage recommandé	0,2% à 3,0%	0,3% à 1,2%
Masse molaire	1000-2000 g.mol ⁻¹	12000-15000 g.mol ⁻¹
Nature chimique	polycarboxylate	Lignosulfonate

3.2.4. Sable

Dans ce travail on a utilisé un sable normalisé, conforme à la norme NF P 15-403, [139] qui est un sable naturel, siliceux notamment dans ses fractions les plus fines. Ce sable est propre avec des grains généralement isométriques et arrondis. Il est séché et criblé offrant ainsi toutes les garanties de qualité et de régularité. Il est contrôlé par le laboratoire d'essais des matériaux de la ville de paris (L.E.M.V.P) et confectionné dans des sacs en plastique de poids net égal à 1350 ± 5gr. La figure 3.2 illustre la courbe granulométrique donnant la répartition des différentes tailles des grains de ce sable.

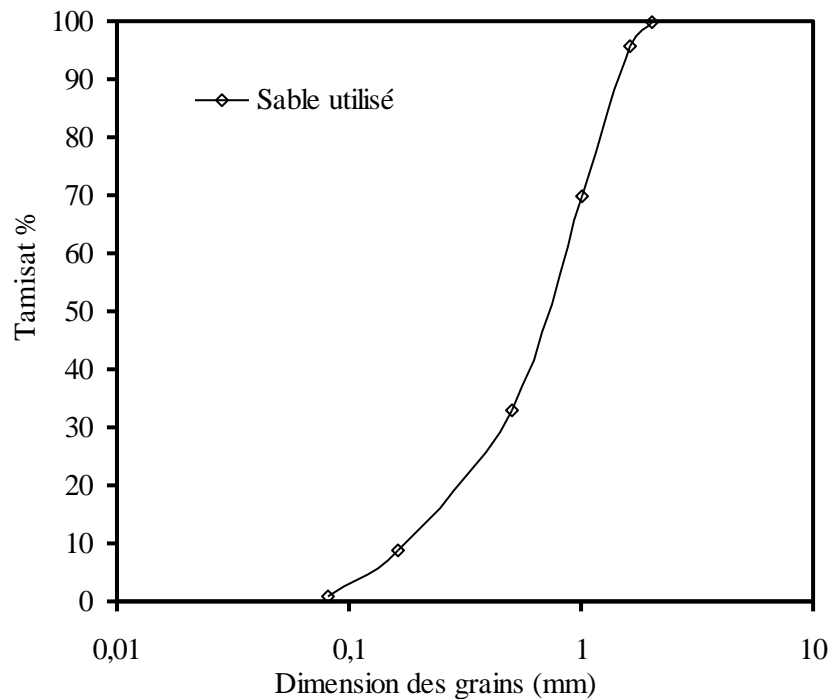


Figure 3.2 : *Courbe granulométrique du sable normal utilisé.*

3.2.5. Eau de gâchage

L'eau potable du robinet est utilisée pour la confection des mortiers. Cette eau est potable et propre à la consommation. De plus, elle renferme toutes les prescriptions de la norme P18-303 [140].

3.3. Compositions des mortiers de ciment

Les essais sont effectués sur un mortier normalisé ayant une composition standard de ciment, sable et eau tel que le rapport pondéral ciment:sable:eau est égal à 1:3:0.55. A partir de ce mortier de base, on a substitué une partie de ciment par des proportions variables de 0, 10, 20 et 30% de chaque addition minérale. Deux types de superplastifiants (PC, LS) sont utilisés avec des dosages variant de 0, 0.2, et 0.4% du poids de ciment pour defloculer les grains de ciment et faciliter la dispersion. Les différents mortiers sont confectionnés avec un rapport $E/(C+A)$ constant de 0.55. Les conditions atmosphériques du laboratoire, où se sont déroulés les essais, sont supposées constantes avec une température avoisinante les 20°C. Les mesures rhéologiques sont effectuées immédiatement après le malaxage et avant tout dégagement de chaleur d'hydratation des différentes phases du ciment. Le tableau 3.7 et le tableau 3.8 donnent les compositions des

différents mortiers pour les deux types de superplastifiants sur lesquels des mesures ont été effectuées.

Tableau.3.7 : Compositions des différents mortiers avec le superplastifiant (PC).

Mortier	E/C	Sable (g)	Eau (g)	Ciment (g)	LP (g)	BFS (g)	NP (g)	SF (g)	Superplastifiant
									PC (%)
Témoin	0.55	1890	350	630	0	0	0	0	0
M1				567	63	0	0	0	0
M2				504	126	0	0	0	0
M3				441	189	0	0	0	0
M4				630	0	0	0	0	0.2
M5				567	63	0	0	0	0.2
M6				504	126	0	0	0	0.2
M7				441	189	0	0	0	0.2
M8				630	0	0	0	0	0.4
M9				567	63	0	0	0	0.4
M10				504	126	0	0	0	0.4
M11				441	189	0	0	0	0.4
M12				567	0	63	0	0	0
M13				504	0	126	0	0	0
M14				441	0	189	0	0	0
M15				567	0	63	0	0	0.2
M16				504	0	126	0	0	0.2
M17				441	0	189	0	0	0.2
M18				567	0	63	0	0	0.4
M19				504	0	126	0	0	0.4
M20				441	0	189	0	0	0.4
M21				567	0	0	63		0
M22				504	0	0	126	0	0
M23				441	0	0	189	0	0
M24				567	0	0	63	0	0.2
M25				504	0	0	126	0	0.2
M26				441	0	0	189	0	0.2
M27				567	0	0	63	0	0.4
M28				504	0	0	126	0	0.4
M29				441	0	0	189	0	0.4
M30				567	0	0	0	63	0
M31				504	0	0	0	126	0
M32				441	0	0	0	189	0
M33				567	0	0	0	63	0.2
M34				504	0	0	0	126	0.2
M35				441	0	0	0	189	0.2
M36				567	0	0	0	63	0.4
M37				504	0	0	0	126	0.4
M38				441	0	0	0	189	0.4

Tableau.3.8 : Compositions des différents mortiers avec le superplastifiant (LS).

Mortier	E/C	Sable (g)	Eau (g)	Ciment (g)	LP (g)	BFS (g)	NP (g)	SF (g)	Superplastifiant
									LS (%)
Témoin	0.55	1890	350	630	0	0	0	0	0
M1				567	63	0	0	0	0
M2				504	126	0	0	0	0
M3				441	189	0	0	0	0
M4				630	0	0	0	0	0.2
M5				567	63	0	0	0	0.2
M6				504	126	0	0	0	0.2
M7				441	189	0	0	0	0.2
M8				630	0	0	0	0	0.4
M9				567	63	0	0	0	0.4
M10				504	126	0	0	0	0.4
M11				441	189	0	0	0	0.4
M12				567	0	63	0	0	0
M13				504	0	126	0	0	0
M14				441	0	189	0	0	0
M15				567	0	63	0	0	0.2
M16				504	0	126	0	0	0.2
M17				441	0	189	0	0	0.2
M18				567	0	63	0	0	0.4
M19				504	0	126	0	0	0.4
M20				441	0	189	0	0	0.4
M21				567	0	0	63	0	0
M22				504	0	0	126	0	0
M23				441	0	0	189	0	0
M24				567	0	0	63	0	0.2
M25				504	0	0	126	0	0.2
M26				441	0	0	189	0	0.2
M27				567	0	0	63	0	0.4
M28				504	0	0	126	0	0.4
M29				441	0	0	189	0	0.4
M30				567	0	0	0	63	0
M31				504	0	0	0	126	0
M32				441	0	0	0	189	0
M33				567	0	0	0	63	0.2
M34				504	0	0	0	126	0.2
M35				441	0	0	0	189	0.2
M36				567	0	0	0	63	0.4
M37				504	0	0	0	126	0.4
M38				441	0	0	0	189	0.4

3.4. Matériels utilisés

3.4.1. Malaxeur

Les propriétés rhéologiques varient énormément selon le mode de malaxage et le dosage des constituants employés. Avant tout travail, le mode de malaxage doit être désigné selon les moyens disponibles et la quantité de mortiers à préparer. Le malaxeur représenté sur la figure 3.3 est parmi les appareils utilisés à l'université de Cergy Pontoise pour la confection des mortiers de ciment. Cet appareil normalisé (EN 196-1) [141], sur lequel se basent pratiquement toutes les normes pour la préparation du mortier, est caractérisé par deux vitesses de rotation selon le mode de préparation choisi.

3.4.2. Mini Cône

Un mini cône est employé pour évaluer l'ouvrabilité des mortiers à la fin du malaxage. Ce cône, présenté sur la figure 3.4, possède une hauteur de 150 mm avec un diamètre de la base de 100 mm et un diamètre supérieur de 70 mm.



Figure 3.3 : Malaxeur.



Figure 3.4 : Mini cône.

3.4.3. Rhéomètre à mortier.

Pour déterminer, expérimentalement, le comportement rhéologique des mortiers, on a utilisé un rhéomètre rotatif ; Heidolph- RZR 2102 Control Z. Ce rhéomètre présenté sur la figure 3.5 est composé d'un agitateur avec deux vitesses de rotation (figure 3.5.b), un croisillon composé de deux plaques perpendiculaires de dimensions 5x10 cm (figure 3.5.c)

et d'un récipient cylindrique de dimension 10x13 cm (figure 3.5.d). Le schéma de la figure 3.6 récapitule le fonctionnement de ce rhéomètre avec un système d'acquisition des données sur ordinateur.

Le rhéomètre Heidolph- RZR 2102 Control Z peut fonctionner en imposant des taux de cisaillement appliqués sur le mortier d'où on obtient les contraintes de cisaillement. A partir de la courbe qui représente les contraintes de cisaillement en fonction des taux de cisaillement, on peut déterminer le comportement rhéologique de chaque mortier. Le Heidolph- RZR 2102 Control Z est piloté avec un logiciel à l'aide d'un ordinateur. Ensuite, il faut régler la température manuellement et la garder constante pour tous les essais.



a) Rhéomètre à mortier.



b) Agitateur.



c) Croisillon.



d) Récipient.

Figure 3.5 : Dispositif du rhéomètre utilisé

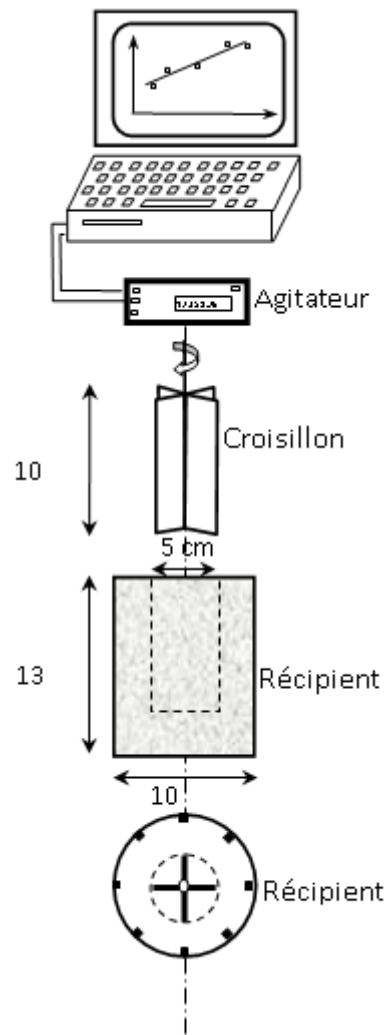


Figure 3.6 : Schéma descriptif du rhéomètre à mortier.

3.4.4. Autres accessoires

Une balance électronique, avec une précision de 0.1g, a été utilisée pour mesurer les ingrédients et la préparation des différents mortiers (figure 3.7). De même, un thermomètre avec une précision de 0.1 °C a été utilisé après chaque malaxage pour vérifier la température des mortiers.



Figure 3.7 : Balance électronique.

3.5. Préparation des mortiers

La procédure de malaxage et le mode d'introduction de l'adjuvant utilisé pour fabriquer les mortiers sont illustrés dans le tableau 3.9. Chaque type de mortier a été confectionné en suivant les étapes ci-dessous :

1. Introduire en premier le ciment, le sable et l'addition dans la cuve du malaxeur et mélanger à sec pendant 1 min à vitesse lente.
2. Ajouter les 2/3 de l'eau de gâchage et malaxer pendant 1 min à vitesse lente.
3. Introduire le 1/3 de l'eau de gâchage plus la quantité du superplastifiant progressivement en malaxant pendant 1 minute.
4. Malaxer pendant 1 minute à vitesse rapide.
5. Préparer le mortier à l'essai d'affaissement et de rhéologie.

Tableau 3.9 : Procédure de malaxage et mode d'introduction de l'adjuvant.

Opérations	Introduire (Ciment, sable et Addition)	Verser (2/3 E)	Verser (1/3E+SP)		Préparation de l'essai
Durée	<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="flex: 1; border-bottom: 1px solid black; position: relative;"> <div style="position: absolute; left: 0; top: -5px;">0</div> <div style="position: absolute; left: 25%; top: -5px;">1min</div> <div style="position: absolute; left: 50%; top: -5px;">2min</div> <div style="position: absolute; left: 75%; top: -5px;">3min</div> <div style="position: absolute; left: 90%; top: -5px;">4min</div> <div style="position: absolute; left: 100%; top: -5px;">5min</div> </div> </div>				
Malaxeur	Vitesse lente		Vitesse Lente	Vitesse Rapide	

3.6. Essai au mini cône

Après le malaxage, la maniabilité a été testée en utilisant l'affaissement au mini-slump représenté sur la figure 3.4. Le cône est placé au centre d'une plaque en acier puis rempli avec du mortier. Immédiatement après le remplissage, le cône est levé, le mortier se répand sur la table et le diamètre moyen (en mm) de l'étalement ou l'affaissement sont mesurés. L'étalement du mortier est contrôlé visuellement pour toute ségrégation ou saignement éventuels.

3.7. Essai au rhéomètre

Le rhéomètre utilisé est un rhéomètre de type Couette développé par l'équipe de recherche de l'université de Cergy Pontoise [142 ,143]. Ce type est généralement considéré comme étant le mieux adapté pour des suspensions concentrées possédant un seuil de cisaillement [144]. Le principe consiste à mettre en rotation, à différentes vitesses, un cylindre ou une pale dans un échantillon cylindrique de mortier frais et de mesurer le couple appliqué. L'utilisation d'une pale a été préférée à celle d'un cylindre où son insertion dans l'échantillon crée une perturbation minimale par rapport à l'insertion d'un cylindre, ce qui est un avantage pour les matériaux thixotropes comme le mortier [145].

Après la mesure de l'affaissement, on verse le mortier préparé dans le récipient qui sera fixé pour éviter tout mouvement. Ensuite, on fait descendre le croisillon au centre du récipient qui pénètre au centre du mortier. Il faut s'assurer que l'extrémité supérieure des ailes du croisillon se situe à l'arasé du mortier. A l'aide du logiciel et l'essai rhéométrique, on démarre la rotation du croisillon en suivant un profil de vitesse approprié.

3.7.1. Profil de vitesse imposée.

Le profil de vitesse utilisé est choisi sur la base d'une série d'essai qui consiste à trouver le profil de vitesse permettant d'avoir les mesures les plus stables en minimisant le phénomène de ségrégation [142]. Le profil utilisé doit avoir suffisamment de points pour pouvoir bien caractériser le comportement du mortier. Les paliers de vitesse imposés doivent être espacés pour bien distinguer les différentes paires (Ω , M). La figure 3.8 illustre le profil choisi pour le déroulement des essais.

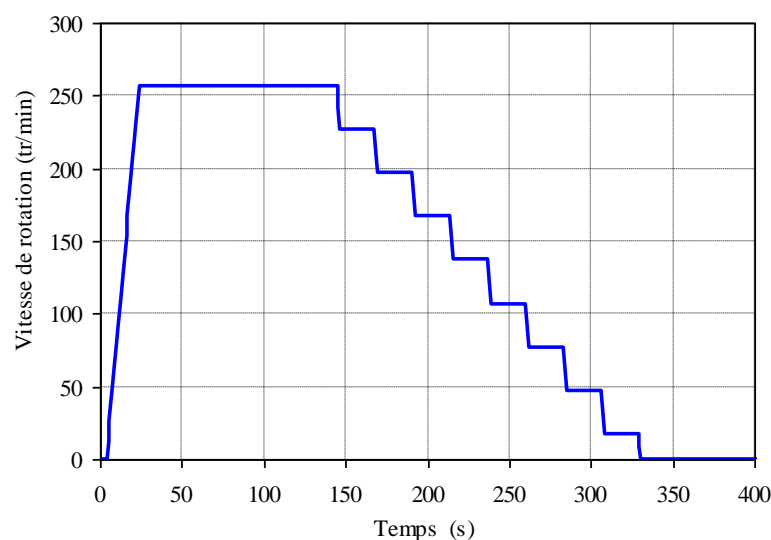


Figure 3.8 : Profil de vitesse [142].

3.7.2. Déroulement de l'essai

Afin d'étudier le comportement rhéologiques des différents mortiers, on a utilisé un rhéomètre en suivant les étapes suivantes :

1^{ère} étape : avant la réalisation des essais, il faut faire chauffer le rhéomètre en le faisant fonctionner suffisamment à la vitesse maximale de 400 tours/min.

2^{ème} étape : mesurer ensuite les couples à vide (M_{vide}) correspondant aux vitesses imposées selon le profil présenté sur la figure 3.11;

3^{ème} étape : remplir le mortier jusqu'à l'arase du récipient et piquer 15 fois avec une tige à piquage du mortier; mettre en place et centrer le croisillon de sorte que l'extrémité supérieure des ailes du croisillon se situe à l'arase du récipient; mesurer les couples totaux correspondants aux vitesses imposées (M_{total}).

4^{ème} étape : exploiter les mesures des couples (M) en fonction de vitesse imposée. Les couples M sont obtenus en faisant la différence entre M_{total} et M_{vide} .

3.7.3. Mesure des paramètres rhéologiques

Pour mieux visualiser le fonctionnement du rhéomètre et la déduction des paramètres rhéologiques des différents mortiers, on présentera une application sur un mortier contenant 10% de fumée de silice et adjuvanté avec 0.2% de polycarboxylate. Le tableau 3.10 récapitule les étapes de calcul suivies en se basant sur les démarches présentées par de Lanos et Estélé [146].

a) Colonne 1 :

Cette colonne représente le profil de vitesse imposé pour le rhéomètre. Ce profil a été choisi sur la base de recherches précédentes [142], dans lesquelles ce dernier présente plus de stabilité des résultats.

b) Colonne 2 :

Les vitesses du profil de vitesse seront reconverties en rad/s et récapitulées dans la colonne 2.

c) Colonne 3 :

Les moments M_{vide} enregistrés par le rhéomètre sont représentés sur la colonne 3. Ils correspondent aux couples à imposer pour maintenir les vitesses en phase de palier lorsque le récipient est vide.

d) Colonne 4 :

Les moments totaux M_{plein} enregistrés par le rhéomètre sont représentés sur la colonne 4. Ils correspondent aux couples à imposer pour maintenir les vitesses en phase de palier lorsque le récipient est rempli de mortier.

e) Colonne 5 :

Dans cette colonne sont calculés les moments finaux. Ils s'obtiennent par la différence entre les moments à l'état plein et les moments à l'état vide pour chaque palier de vitesse.

$$M_{\text{final}} = M_{\text{plein}} - M_{\text{vide}} \quad (3.1)$$

f) Colonne 6 :

La variation du moment final, en fonction de la vitesse de rotation, est ajustée linéairement et des nouvelles valeurs du moment sont déduites. La figure 3.9 illustre la corrélation linéaire obtenue à partir de laquelle les moments linéarisés M_l seront calculés et regroupés dans la colonne 6.

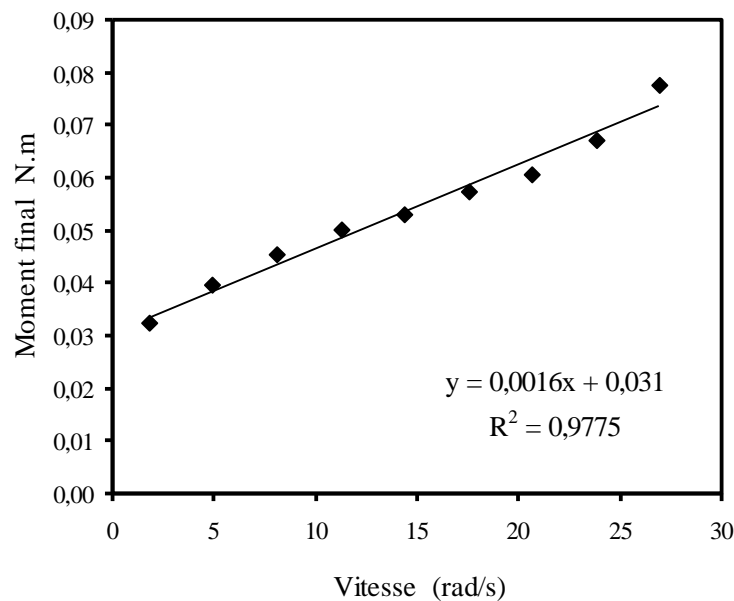


Figure 3.9 : Linéarisation des moments finaux en fonction de la vitesse de rotation.

g) Colonne 7 :

La relation contrainte-vitesse de cisaillement dans une géométrie couette est établie en considérant localement le fluide en écoulement comme étant un fluide de Bingham. Pour un tel fluide, l'expression de la vitesse de cisaillement dépend du régime

d'écoulement dans l'entrefer. Ainsi, la vitesse de cisaillement s'exprime par l'équation 3.2 lorsque le mortier est partiellement cisailé comme le montre la figure 3.10.a et dont les résultats trouvés sont présentés sur la colonne 7.

$$\dot{\gamma}_1 = 2M \frac{\partial \Omega}{\partial M} \quad (3.2)$$

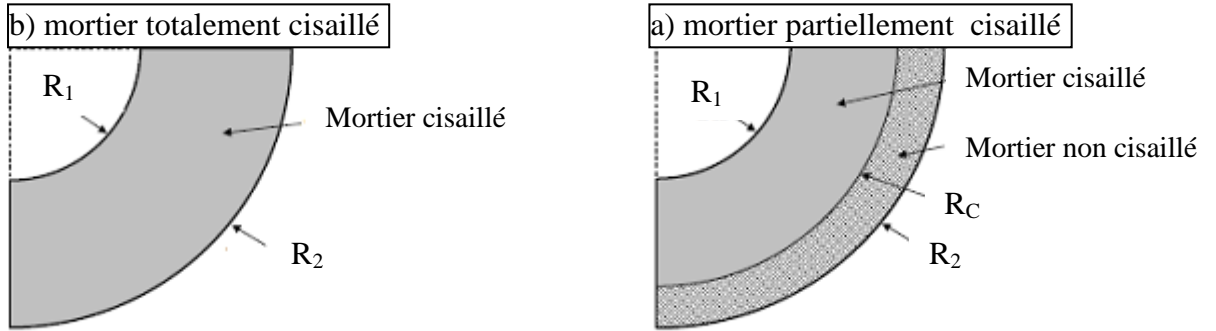


Figure 3.10 : Schéma du cisaillement du mortier dans le récipient.

h) Colonne 8 :

Lorsque le mortier est totalement cisailé, comme illustré sur la figure 3.10.b, l'expression de la vitesse de cisaillement est donnée par l'équation 3.3. Les valeurs trouvées pour chaque vitesse de rotation sont récapitulées dans la colonne 8.

$$\dot{\gamma}_2 = 2 \frac{M \frac{\partial \Omega}{\partial M}}{\left(1 - \frac{R_1^2}{R_2^2}\right)} - \frac{\Omega - M \frac{\partial \Omega}{\partial M}}{\ln\left(\frac{R_1}{R_2}\right)} \quad (3.3)$$

i) Colonne 9 :

Dans la colonne 9, on combine entre les deux expressions des vitesses de cisaillement qui gouvernent l'écoulement dans le récipient. La valeur convenable de la vitesse de cisaillement est celle entraînant plus de dissipation d'énergie. Donc, la vitesse de cisaillement peut être donnée par l'équation 3.4 où les valeurs trouvées sont récapitulées dans la colonne 9.

$$\dot{\gamma} = \max\left(\dot{\gamma}_1 ; \dot{\gamma}_2\right) \quad (3.4)$$

j) Colonne 10 :

Dans la colonne 10, on calcule la contrainte de cisaillement dans le mortier à partir du moment appliqué et les dimensions du croisillon. Pour un calcul simplifié on trouve :

$$\tau = \frac{M_l}{2 \pi R^2 h} \quad (3.5)$$

j) Colonne 11 :

Sur un palier de vitesse de cisaillement, on peut évaluer le cisaillement moyen par l'expression 3.6. La colonne 11 regroupe les valeurs trouvées pour chaque vitesse de cisaillement.

$$\tau_{moy} = \frac{1}{2}(\tau_i + \tau_{i-1}) \quad (3.6)$$

Tableau 3.10 : Calcul du taux de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement pour un mortier contenant 10% de fumée de silice et adjuvanté par 0.2% de polycarboxylate

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Profil Ω (tr/min)	Ω (rad/s)	M_{vide} (N.m)	M_{plein} (N.m)	M_{Total} (N.m)	$M_{linéarisé}$ (N.m)	$\dot{\gamma}_1$ (1/s)	$\dot{\gamma}_2$ (1/s)	$\dot{\gamma}_{max}$ (1/s)	τ (Pa)	τ_{moy} (Pa)
257	26.91	0.173	0.251	0.078	0.074				188.59	
227	23.77	0.165	0.232	0.067	0.069	86.29	87.10	87.10	175.79	182.19
197	20.63	0.156	0.217	0.061	0.064	80.01	78.73	80.01	162.99	169.39
167	17.49	0.146	0.204	0.058	0.059	73.73	70.35	73.73	150.19	156.59
137	14.35	0.137	0.190	0.053	0.054	67.44	61.97	67.44	137.39	143.79
107	11.21	0.125	0.175	0.050	0.049	61.16	53.59	61.16	124.59	130.99
77	8.06	0.113	0.158	0.045	0.044	54.88	45.22	54.88	111.79	118.19
47	4.92	0.098	0.138	0.040	0.039	48.59	36.84	48.59	98.99	105.39
17	1.78	0.086	0.119	0.033	0.034	42.31	28.46	42.31	86.19	92.59
0	0.00	0.000	0.000	0.000	0.031	38.75	23.71	38.75	78.94	82.57

La courbe de tendance obtenue à partir des points $(\tau_i - \gamma_i)$ permet d'estimer la viscosité par la pente de la droite et le seuil de cisaillement du mortier par la contrainte correspondant à une vitesse nulle. La figure 3.11 présente la corrélation linéaire entre la contrainte et la vitesse de cisaillement où le seuil prend la valeur de 7.62 Pa et la viscosité 2.01 Ps.s pour le mortier d'étude.

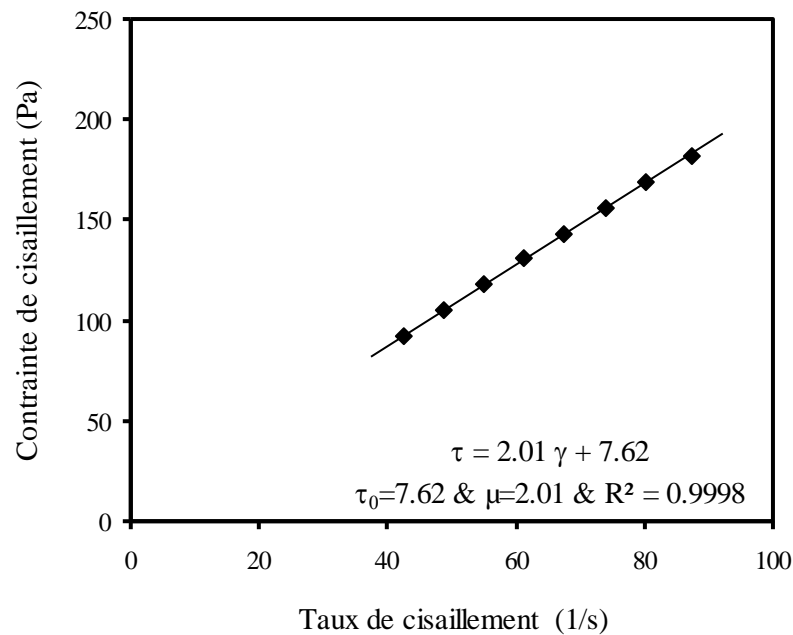


Figure 3.11: Variation de la contrainte de cisaillement et fonction de la vitesse de cisaillement. 10% FS, 0.2% PC.

3.8. Répétitivité des essais

Afin de confirmer la fiabilité de nos résultats, certains ont été refaits et comparés. Ces essais concernent ceux à la fumée de silice avec les deux superplastifiants. Les figures 3.12, 3.13, 3.14 et 3.15 illustrent une comparaison des valeurs de la viscosité et du seuil de cisaillement entre le premier et le deuxième essai. Les résultats sont encourageants et confirment la convenance de cet essai et sa fiabilité où les coefficients de corrélations trouvés sont proches de l'unité. Sur l'ensemble des résultats testés, l'écart moyen entre deux viscosités obtenues ne dépasse pas 0.3 Pa.s, alors que l'écart pour le seuil de cisaillement atteint 1.64 et 1.43 Pa respectivement pour les mortiers adjuvantés avec le PC 456 et le LS 390. Ceci est conforme aux résultats de la figure 3.15 qui donne un coefficient de corrélation très supérieur pour les mortiers incorporant du lignosulfonates.

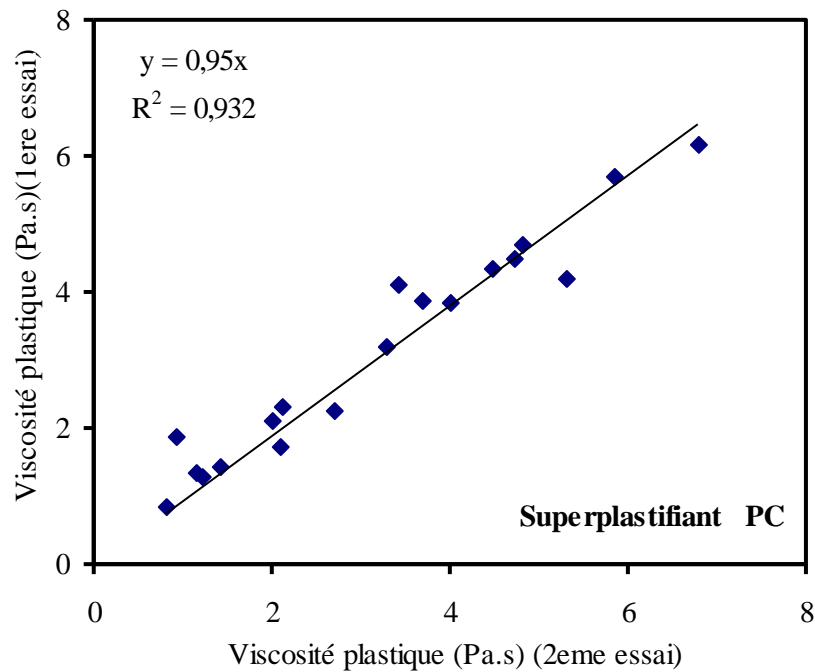


Figure 3.12 : Répétitivité des résultats de la viscosité plastique d'un mortier à la fumée de silice et du polycarboxylate.

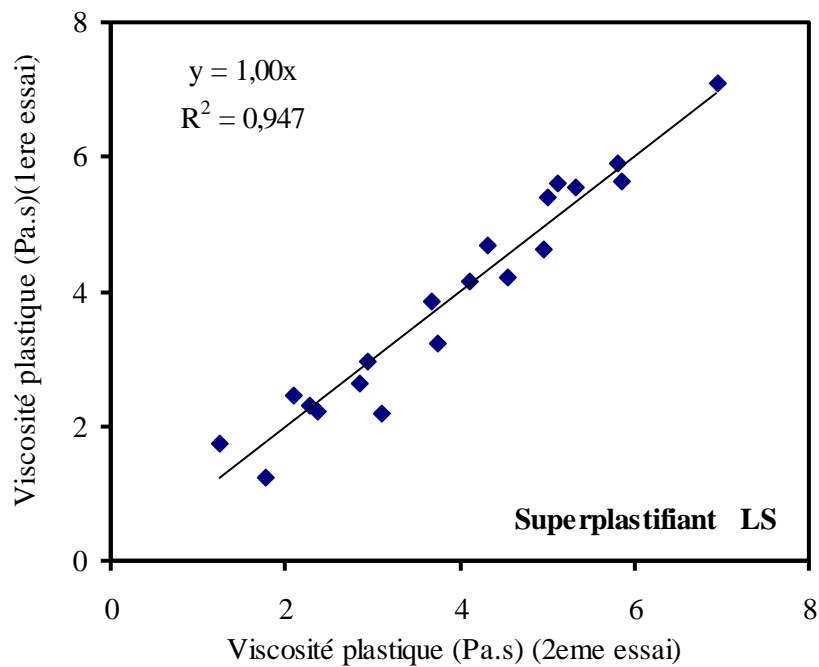


Figure 3.13 : Répétitivité des résultats de la viscosité plastique d'un mortier à la fumée de silice et du lignosulfonâtes.

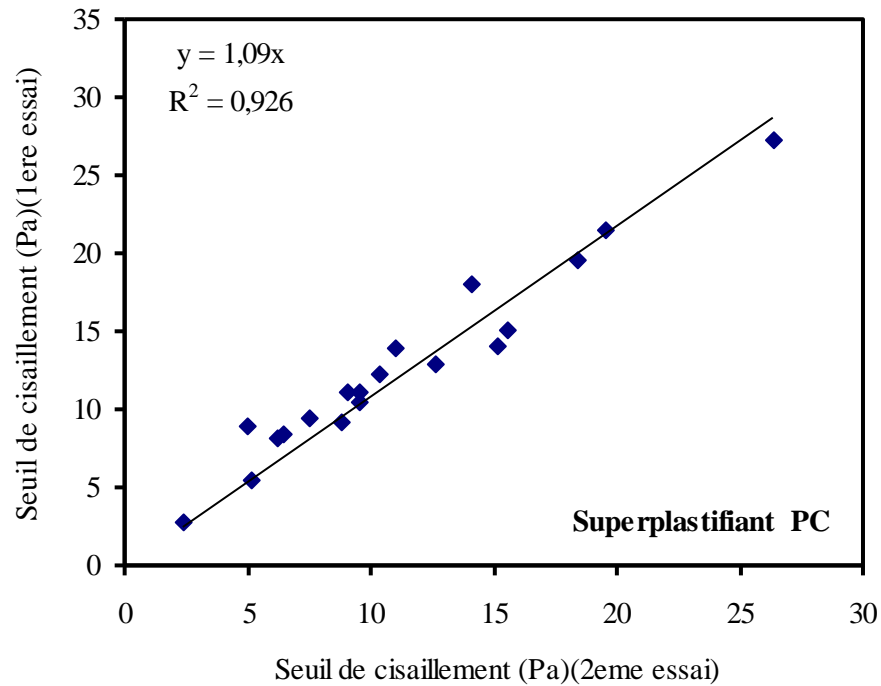


Figure 3.14 : Répétitivité des résultats du seuil de cisaillement d'un mortier à la fumée de silice et du polycarboxylates.

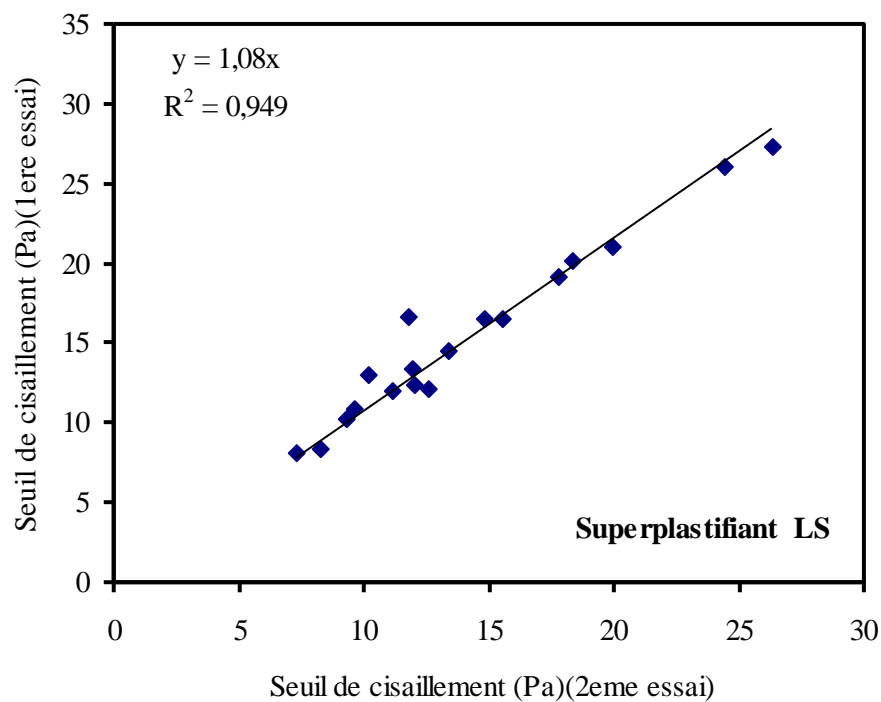


Figure 3.15 : Répétitivité des résultats de la viscosité plastique d'un mortier à la fumée de silice et du lignosulfonâtes.

3.9. Conclusion

Les paramètres rhéologiques des différents mortiers sont mesurés par un rhéomètre élaboré par l'équipe de recherche « Rhéologie du béton » de l'université de Cergy Pontoise. Le comportement rhéologique du mortier est testé en variant le dosage et le type de l'adjuvant organique ainsi que le type et le taux de substitution de l'addition minérale. Les résultats de ces essais seront présentés dans les chapitres 4 et 5 où une discussion, des résultats obtenus, sera donnée afin de comprendre la contribution de chaque superplastifiant sur le comportement rhéologique du mortier et son interaction avec les différentes additions minérales.

Chapitre 04

Analyse et discussion des résultats

4.1. Introduction

L'incorporation des additions minérales et organiques dans la matrice cimentaire entraîne une modification de la distribution granulaire, l'apparition de nouveaux sites de nucléation et une nouvelle activité des surfaces des grains. Ceci nécessite le malaxage avec des superplastifiants qui viennent défloculer les grains et améliorer l'ouvrabilité du béton. Ces modifications des propriétés physico-chimiques des composants du béton, dues à des additions minérales et organiques, affectent directement les propriétés rhéologiques du béton frais et ses composants.

4.2. Effet du type et dosage de superplastifiant

Les superplastifiants jouent un rôle fondamental dans l'amélioration des propriétés rhéologiques des mortiers et des bétons. La figure 4.1 illustre les résultats trouvés pour deux superplastifiants lorsqu'ils sont introduits, à différents dosages, dans la composition d'un mortier sans addition minéral. Le superplastifiant PC, à base de polycarboxyates, est plus efficace et apporte un grand gain d'ouvrabilité lorsqu'il est dosé au-delà de 0.2%. Pour ce dosage l'affaissement atteint 12 cm tandis que pour le superplastifiant LS, à base de Lignosulfonate, il n'est que de 10 cm. De même, la variation de la viscosité du mortier est plus influencée par le dosage de 0.2% où elle atteint une chute considérable pour les deux superplastifiants. Pour un mortier témoin ayant une viscosité de 4 Pa.s, on a enregistré une chute de 64 et 41% en utilisant 0.2% respectivement de PC et de LS. Cette chute n'est que de 40 et 25% lorsqu'on ajoute encore 0.2% de ces adjuvants. Au-delà de ce dosage, les valeurs de l'affaissement et de la viscosité plastique se stabilisent, montrant un comportement de saturation où tous excès de dosage n'apportent qu'une amélioration marginale.

L'effet des superplastifiants, sur le seuil de cisaillement, reste considérable et sa variation suit une chute linéaire avec le dosage en superplastifiant où l'effet de saturation ne semble pas évident pour des dosages proche de 0.4%. La diminution du seuil de cisaillement, pour les premiers 0.2% des superplastifiants est de 50 et 26% respectivement pour le PC et le LS. Cette diminution semble monotone alors que pour les deux autres 0.2%, elle reste autour de 60 et 20%.

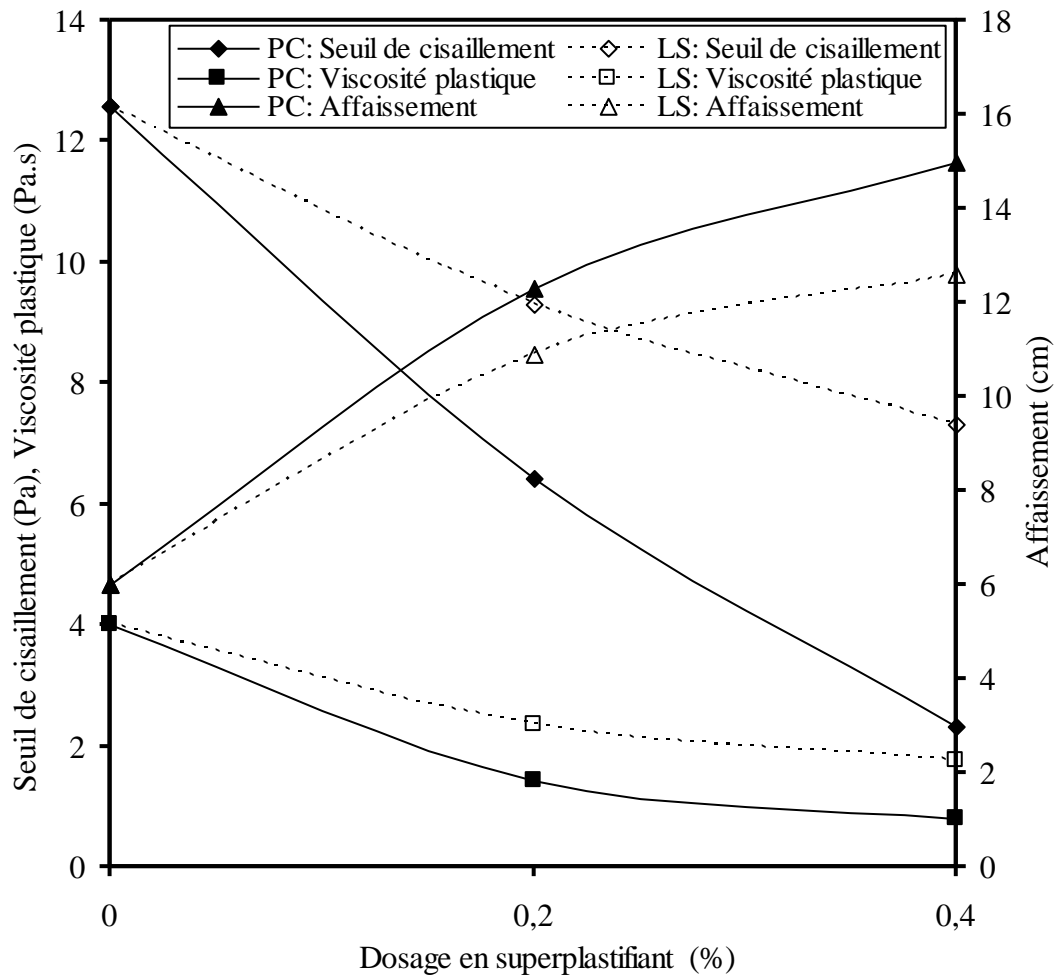


Figure 4.1 : Effet du superplastifiant sur les propriétés rhéologiques du mortier sans additions minéral

4.3. Effet des additions minérales

Les variations des paramètres rhéologiques, en fonction du taux de substitution des additions minérales sans superplastifiant, sont représentées sur les figures 4.2, 4.3 et 4.4. Les résultats de l'affaissement, présentés sur la figure 4.2, du mortier au mini cône ont pu faire distinguer deux additions avec un pouvoir fluidifiant remarquable et deux autres avec un effet absorbant à l'eau et donnant à la texture un comportement très ferme. Le laitier et le calcaire possèdent évidemment un pouvoir filler et créent un effet de roulement, entre les grains de ciment, qui les rendent plus mobiles. De plus, leur activité inerte, à ce stade de l'hydratation, libère une partie d'eau de gâchage qui va contribuer à la lubrification des grains et à améliorer l'ouvrabilité.

A partir des résultats illustrés sur la figure 4.3, il est clair que la valeur du seuil de cisaillement de mortier de ciment augmente de la même façon avec l'augmentation du taux de substitution des additions minérales (SF, NP, et BFS). Pour les taux de substitution supérieur à 10%, la variation du seuil de cisaillement est identifiée par le type d'addition et son taux de substitution. Pour le calcaire, une diminution du seuil de cisaillement en fonction du taux de substitution est observée contrairement aux autres additions. Au delà de 20% de LP, le taux de substitution semble n'avoir aucun effet sur la valeur du seuil de cisaillement.

D'autre part, la figure 4.4 montre que les mortiers, comportant des additions de fumée de silice ou de pouzzolane naturelle, possèdent une viscosité plastique accrue avec le taux de substitution. Ces deux additions possèdent une grande finesse et une grande demande en eau, ce qui influe négativement sur la valeur de la viscosité. Contrairement, les deux autres additions provoquent une diminution significative de la viscosité. La substitution du ciment par du BFS crée une chute monotone de la viscosité au moment où l'incorporation de plus de 10% de LP donne une stabilité de la valeur de la viscosité. L'inerte activité chimique de ces deux additions, au très jeune âge, leur confère un effet filler important qui est responsable de cette amélioration de la viscosité observée.

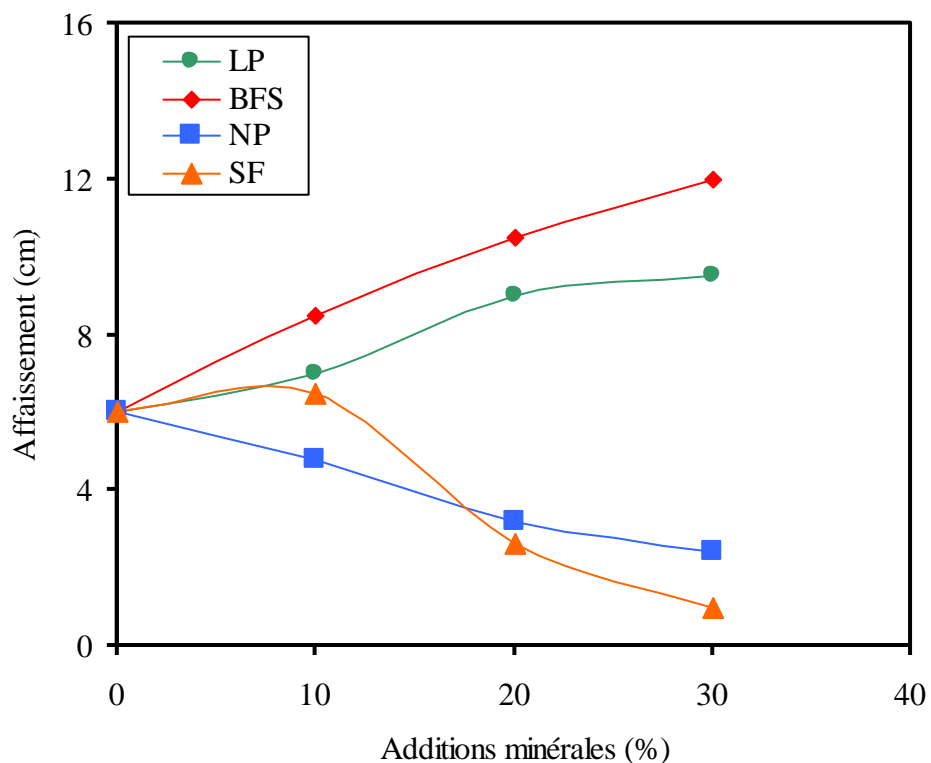


Figure 4.2 : Variation de l'affaissement du mortier avec additions minérales et sans superplastifiants

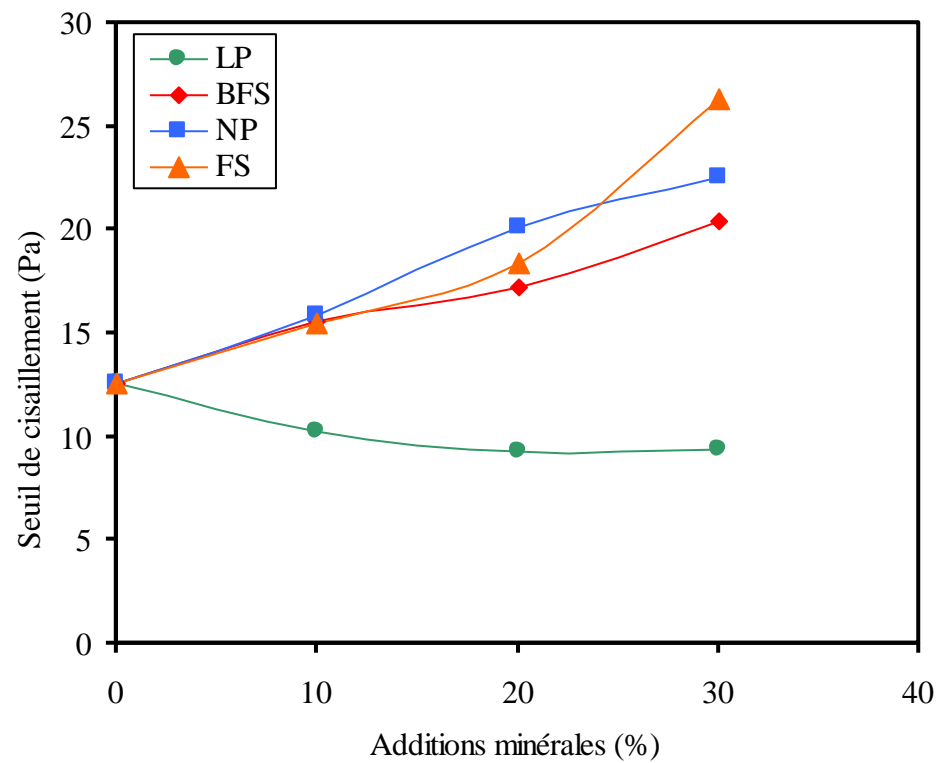


Figure 4.3 : Variation du seuil de cisaillement du mortier avec additions minérales et sans superplastifiants

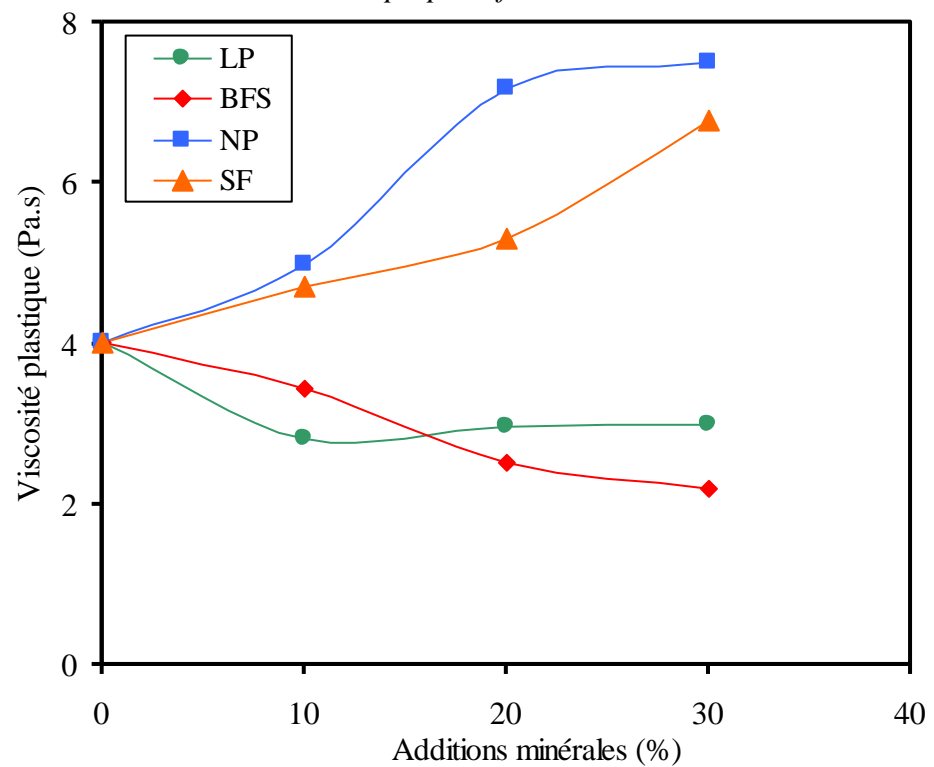


Figure 4.4 : Variation de la viscosité plastique du mortier avec additions minérales et sans superplastifiants

4.4. Effet combiné des additions minérales et organiques

4.4.1. Ouvrabilité

L'effet du dosage en superplastifiants sur l'ouvrabilité des mortiers a été évalué par le mini cône juste après le malaxage. L'incorporation d'un superplastifiant au mortier entraîne une modification de la fluidité. Cette dernière est directement reliée à la nature chimique et au dosage de chaque superplastifiant. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le tableau 4.1. Il est clair que l'ajout d'un superplastifiant augmente l'ouvrabilité du mortier à tous les dosages utilisés.

En substituant le ciment ordinaire avec le LP ou le BFS, le mortier octroi une grande fluidité surtout lorsque le superplastifiant PC est utilisé. Pour 0.2% et 0.4% de PC, l'affaissement du mortier ne peut pas être mesuré en présence du calcaire ou du laitier et l'ouvrabilité est quantifiée par le diamètre de l'étalement de la galette du mortier. Par contre, en utilisant le superplastifiant LS, cette amélioration n'est que de 20 à 30%. Pour le mortier avec la pozzoulane naturelle ou la fumée de silice, l'ouvrabilité diminue d'une façon remarquable et d'autant plus lorsqu'on dépasse 10% de substitution. De même, cette chute d'affaissement est moins prononcée lorsque le superplastifiant LS est employé. Pour un mortier contenant 10% de la fumée de silice ou de la pozzoulane naturelle, on a enregistré une légère amélioration de la fluidité lorsqu'il est adjuvanté respectivement par 0.2% de PC ou de LS.

Les valeurs de l'affaissement enregistrées, avec 30% de pozzoulane naturelle ou de fumée de silice, n'atteignent respectivement que la moitié et les 2/5 de l'affaissement du mortier témoin avec 0.4% de PC. D'autre part, pour un mortier adjuvanté par 0.4% du superplastifiant LS, les résultats de l'affaissement enregistrés représentent les trois quarts et le un tiers de celui du mortier témoin. Il s'avère que le superplastifiant à base de lignosulfonates s'adapte mieux avec les taux élevés des additions pozzoulaniques où la chute d'affaissement est moins importante que celle enregistrée avec celui à base de polycarboxylates.

Tableau 4.1 : Résultats de l'affaissement et de l'étalement au mini cône (cm) du mortier avec différents taux de substitutions des additions minérales et dosages en superplastifiant.

Addition minerals (%)	Superplastifiant (PC)			Superplastifiant (LS)		
	0	0,2	0,4	0	0,2	0,4
LP						
0	6	12,3	15	6	10,9	12,6
10	9	28,3*	34,5*	7	11,5	24,5
20	7	28,7*	27*	9	12,5	24
30	9,5	29,3*	37*	9,5	12,9	23
BFS						
0	6	12,3	15	6	10,9	12,6
10	8,5	25*	34,3*	8,5	12	13
20	10,5	26,5*	34,5*	10,5	12,7	13,2
30	12	27,7*	3*	12	12,9	14
NP						
0	6	12,3	15	6	10,9	12,6
10	4,8	12	31	4,8	12,5	12
20	3,2	9	19	3,2	10,5	10,8
30	2,4	6,5	7,5	2,4	8	9,8
SF						
0	6,0	12,3	15	6,0	10,9	12,6
10	6,5	11,4	14	6,5	10,2	11,9
20	2,6	8,3	11,8	2,6	5,2	7,8
30	1,0	2,9	6,2	1,0	2,6	3,8

* Étalement

4.4.2. Seuil de cisaillement

En augmentant le taux de substitution des différentes additions minérales à 10, 20 et 30%, les résultats obtenus du seuil de cisaillement montrent des effets opposés des additions en fonction de sa composition et son interaction avec le ciment et le superplastifiant. Le seuil de cisaillement du mortier est relativement diminué en incorporant des dosages appropriés de chaque superplastifiant. L'incorporation du superplastifiant PC engendre une baisse linéaire du seuil de cisaillement tel qu'on obtient

la moitié du seuil du mortier de référence pour 0.2% de PC et le un cinquième de sa valeur pour 0.4%. Lorsque le superplastifiant LS est employé, la baisse mesurée sur le seuil de cisaillement est moins importante et ne représente que les trois quart pour 0.2% et les deux tiers pour 0.4%. Une augmentation du dosage en superplastifiant de 0% à 0.4% diminue le seuil de cisaillement de 10.3 et 5.3 Pa pour le mortier témoin avec respectivement un superplastifiant à base de polycarboxylates et lignosulfonates.

En présence du calcaire, le mortier devient plus fluide et son seuil de cisaillement diminue linéairement même sans l'ajout de superplastifiant. Lorsque le calcaire est combiné avec le superplastifiant, une légère diminution de son seuil de cisaillement peut être observée sur les résultats de la figure 4.5 où le PC semble être plus compatible. Malgré que le LS engendre une baisse monotone avec son dosage, les valeurs du seuil de cisaillement demeurent supérieures à celle du mortier de référence. La figure 4.6 montre une compatibilité du superplastifiant LS pour un dosage de 0.2%. Cette compatibilité est rapidement perdue pour un dosage de 0.4%. Par contre, le superplastifiant PC conserve une bonne compatibilité avec le ciment au calcaire et donne des seuils de cisaillement largement inférieurs dans la plage des dosages utilisés. En plus, un dosage de saturation de 0.2% de PC est constaté au-delà duquel le seuil conserve une valeur stable de 3 Pa. Il est bien évident que lorsque le mortier contenant plus de 10% de calcaire et adjuvanté par le PC, son seuil de cisaillement devient indépendant du taux de substitution.

Pour le mortier témoin contenant du laitier, la linéarité est moins marquée et donne une variation croissante du seuil de cisaillement comme c'est illustré sur la figure 4.7. Pour le mortier non adjuvanté, le seuil de cisaillement augment de 25, 36 et 62% respectivement pour les mortiers contenant 10, 20 et 30% de laitier. Lorsque le laitier est combiné avec un superplastifiant, la valeur mesurée du seuil de cisaillement diminue proportionnellement avec la présence de chaque superplastifiant. Pour 10 % de laitier, le seuil de cisaillement ne présente que 72 et 22% du seuil du mortier non adjuvanté respectivement pour 0.2 et 0.4% de PC. Cette baisse est moins importante lorsque le LS est utilisé et ne représente que 86 et 28%. Lorsque le mortier, contenant plus de 10% de laitier, est adjuvanté par un dosage élevé de superplastifiant de 0.4%, celui du LS devient plus efficace et donne des valeurs meilleures que celles données avec le PC comme le montre la figure 4.8. Ces valeurs donnent 57% de baisse pour le PC et 66% pour le LS, ce qui préconise l'utilisation d'un

taux élevé du laitier avec un dosage élevé de superplastifiant et de préférence celui à base de lignosulfonates.

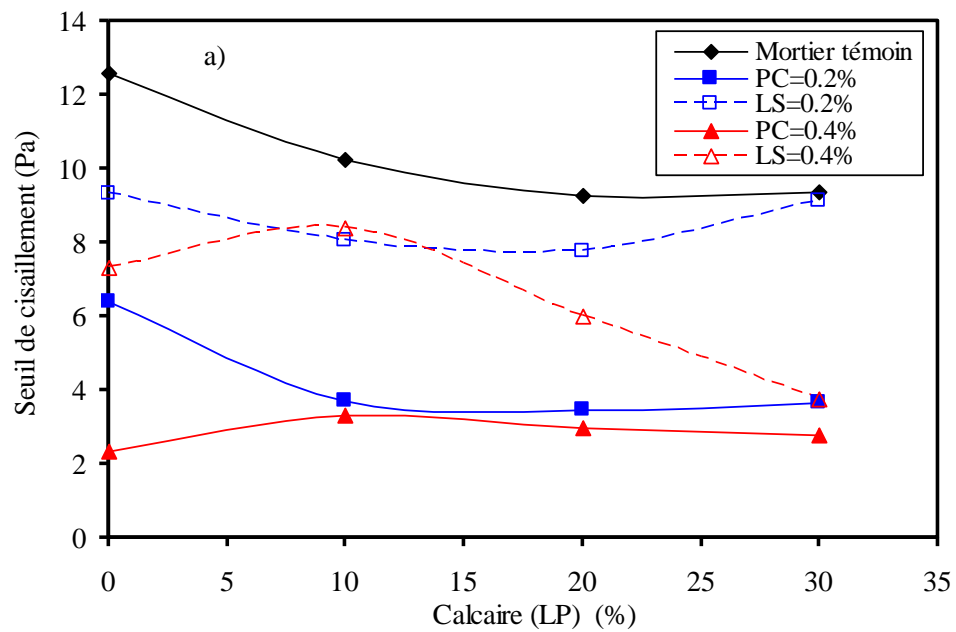


Figure 4.5 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers au calcaire pour différents types et dosages en superplastifiants.

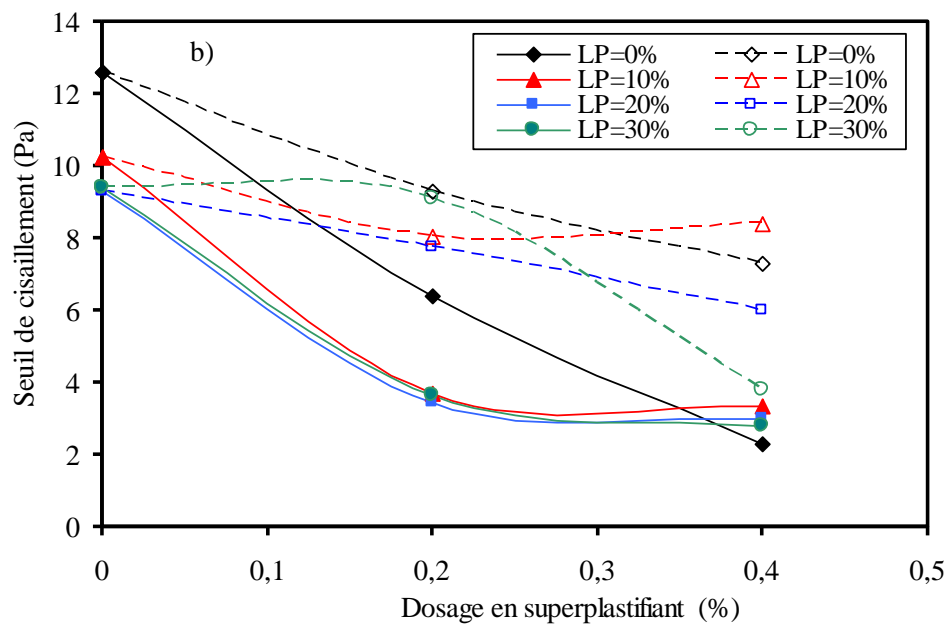


Figure 4.6 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers au calcaire en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.

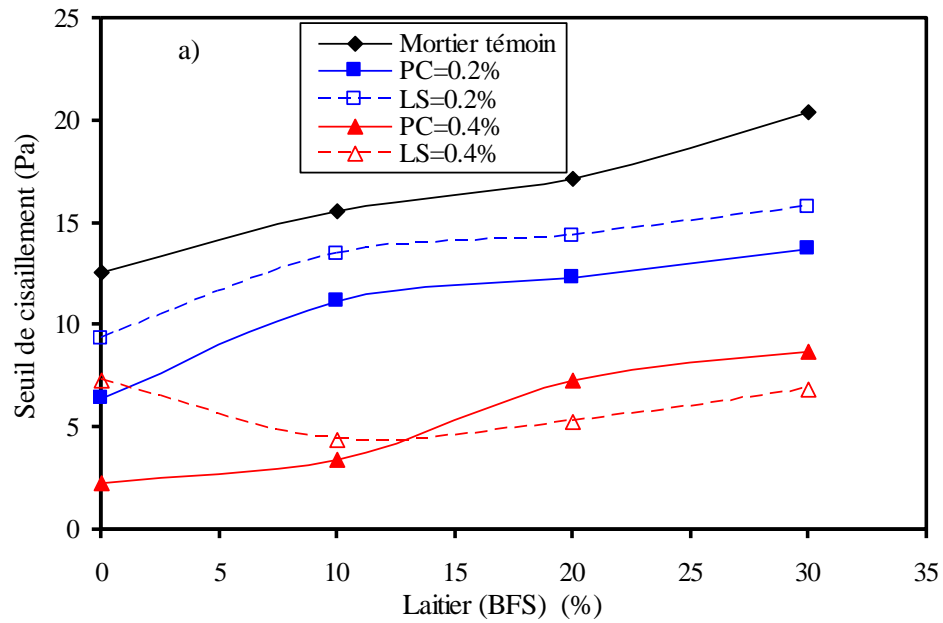


Figure 4.7 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers au laitier pour différents types et dosages en superplastifiants.

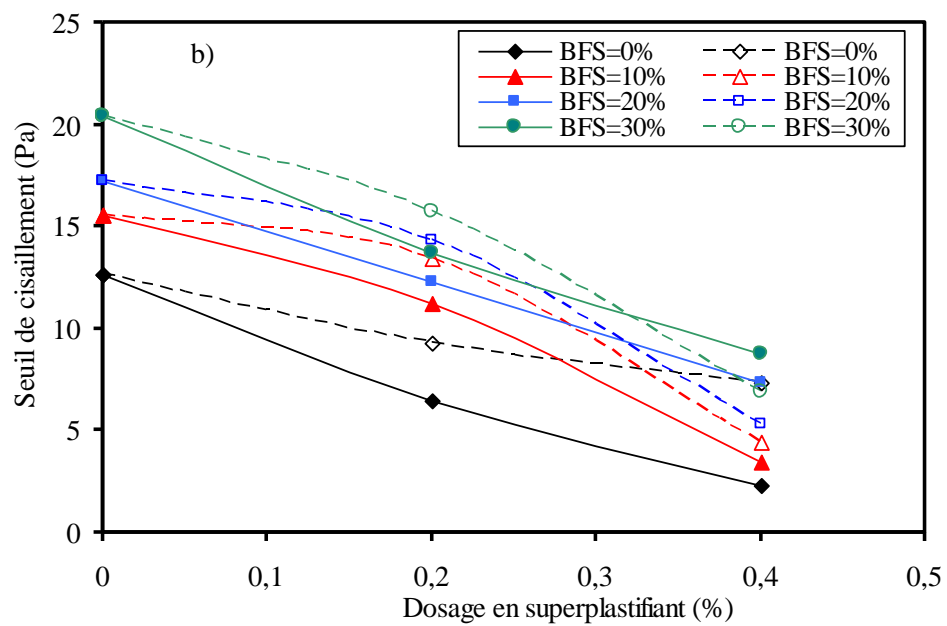


Figure 4.8 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers au laitier en fonction du dosage de deux types de superplastifiants

L'utilisation de la pouzzolane naturelle, finement broyée, peut améliorer la fluidité du mortier si elle est utilisée à des faibles taux de substitution. La figure 4.9 montre des valeurs du seuil de cisaillement inférieures à celle d'un mortier témoin lorsque la pouzzolane est utilisée. De même, l'emploi du superplastifiant PC semble avoir un effet marginal sur le seuil de cisaillement où la figure 4.10 présente des courbes presque horizontales au-delà de 10% du taux de substitution. Dans cette plage, le superplastifiant LS devient plus efficace et engendre une baisse substantielle du seuil de cisaillement pour 0.2 et 0.4%. Lorsque le mortier est adjuvanté avec 0.4% de LS, le seuil de cisaillement diminue de 40, 38 et 32% respectivement pour un taux de substitution de 10, 20 et 30. Cette baisse n'est que 20, 5 et 6% dans le cas de l'utilisation du PC. Malgré que le PC soit très efficace avec le mortier témoin où l'amélioration du seuil de cisaillement est considérable, son efficacité disparaît en présence de la pouzzolane. Néanmoins, le LS garde une amélioration quasiment constante avec la pouzzolane, ce qui témoigne de sa compatibilité avec ce produit. Pour les mortiers contenant de la pouzzolane naturelle où l'amélioration apportée par les superplastifiants devient très marginale en augmentant le taux de substitution ou en employant un polycarboxylate comme adjuvant.

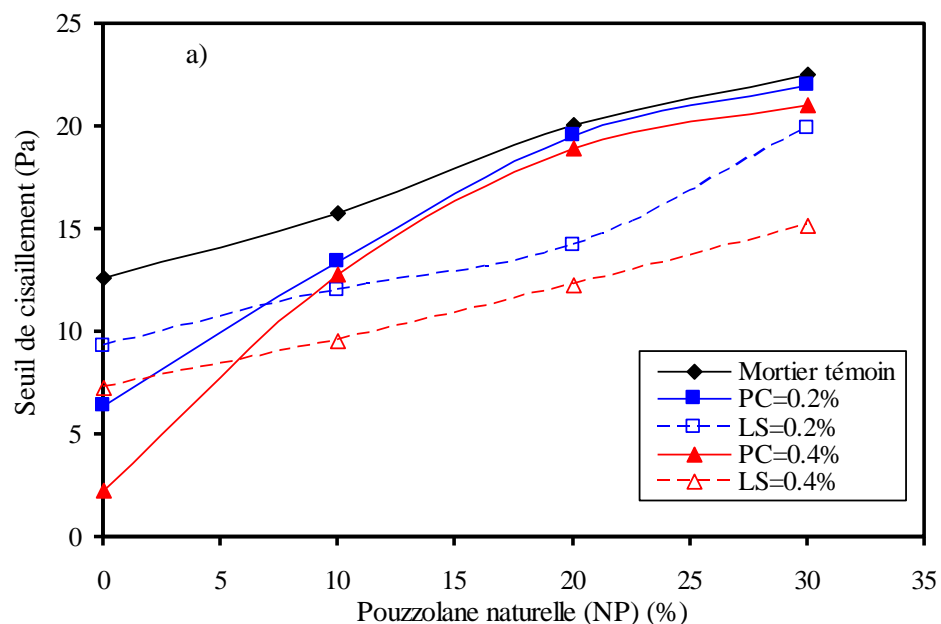


Figure 4.9 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la pouzzolane naturelle pour différents types et dosages en superplastifiants.

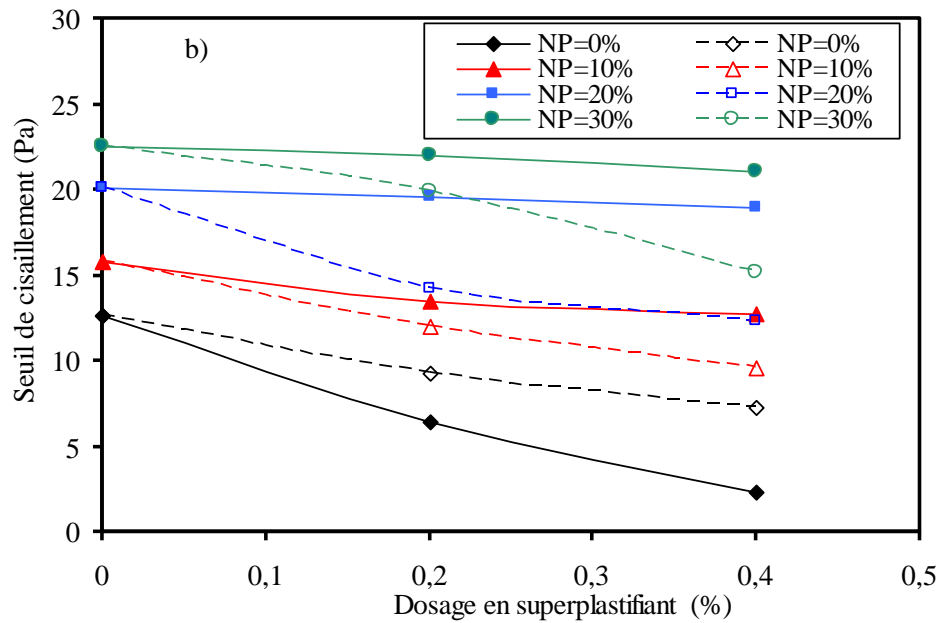


Figure 4.10 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la pouzzolane naturelle en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.

L'incorporation de la fumée de silice entraîne une augmentation linéaire du seuil de cisaillement avec le taux de substitution. La valeur du seuil s'accroît de 50 à 70% en substituant le ciment par 20% de fumée de silice. Par contre, lorsque ce taux atteint 30% le seuil est plus que le double du seuil d'un mortier témoin sans fumée de silice. Il est observé sur la figure 4.11 que pour garder un accroissement linéaire le mortier doit être adjuvanté par 0.4% de superplastifiant. L'effet de la fumée de silice est moins accentué lorsque le superplastifiant LS est utilisé. L'augmentation du seuil de cisaillement, pour 20% de substitution, est de 70 et 280% respectivement pour 0.2 et 0.4% de PC alors qu'il n'est que 60 et 64% pour le LS. En augmentant le dosage de chaque type de superplastifiant, on remarque sur la figure 4.12 une amélioration du seuil de cisaillement proportionnelle au dosage. Les résultats trouvés mettent en évidence la plus grande efficacité du polycarboxylate, qui donne des seuils plus faibles avec des écarts stables avec ceux du lignosulfonates pour les dosages de 0.2 et 0.4%. Avec 30% de ciment substitué par la fumée de silice, le mortier présente un seuil identique pour les deux types de superplastifiants où la divergence entre ces deux types de superplastifiants ne se distingue qu'à partir de 0.2%.

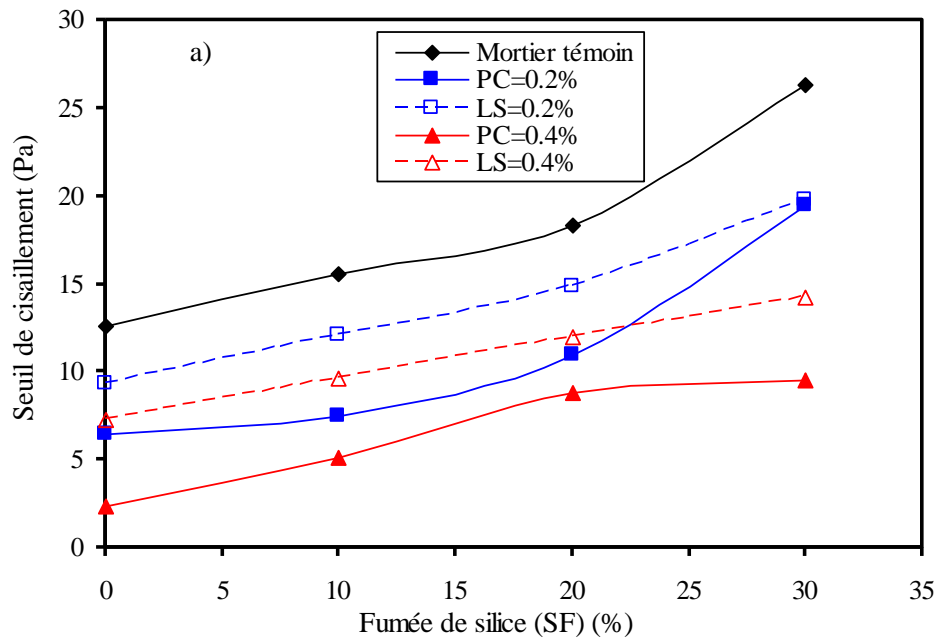


Figure 4.11 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la fumée de silice pour différents types et dosages en superplastifiants.

En comparaison avec le mortier témoin, un mortier ayant 20% d'addition minérale et adjuvanté avec 0.4% de PC ou LS, son seuil de cisaillement ne subit respectivement qu'une baisse de 6.31 et 3.31 Pa pour le calcaire, 9.8 et 11.9 pour le laitier, 1.1 et 7.8 Pa pour la pouzzolane naturelle, 9.5 et 5.4 Pa pour la fumée de silice. D'après ces résultats, il s'avère que le PC est plus efficace avec les différents ajouts utilisés et que sa compatibilité avec les différents ciments n'est pas contestée, à part pour la pouzzolane naturelle où son apport est négligeable. Les ciments avec de la pouzzolane naturelle gardent leurs seuils de cisaillement presque constants, rendant ainsi l'efficacité du PC inerte devant ce minéral.

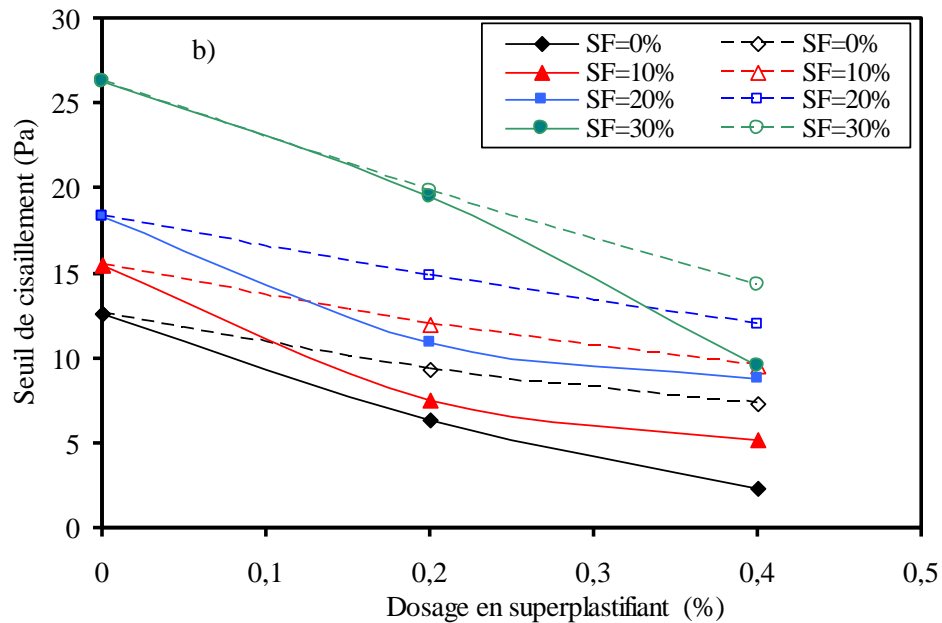


Figure 4.12 : Variation du seuil de cisaillement des mortiers à la fumée de silice en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.

4.4.3. Viscosité plastique

Les résultats de la viscosité plastique, mesurés par un rhéomètre pour des mortiers contenant différents taux d'additions minérales et différents dosages de superplastifiants, sont illustrés sur les figures 4.13 à 4.20.

Pour le mortier au calcaire, la figure 4.13.a montre qu'un taux de 10% apporte une amélioration sur la viscosité plastique et d'une façon plus significative avec le lignosulfonates LS lorsque ce seuil est dépassé. Un effet décroissant est observé pour les deux types de superplastifiant où le calcaire n'a aucun effet significatif sur la viscosité plastique, donnant ainsi des courbes horizontales. L'effet du type de superplastifiant est illustré sur la figure 4.14, avec une amélioration remarquable de la viscosité en fonction du dosage. Pour 0.2% de dosage, l'amélioration de la viscosité est importante et indépendante du taux de calcaire, néanmoins celle relative au superplastifiant PC reste plus significative. Ce dernier perd un peu de son efficacité en présence du calcaire alors que le superplastifiant LS devient légèrement plus efficace. L'amélioration de viscosité d'un mortier témoin observée pour un dosage de 0.2% est de 65% pour le PC et 41% pour le LS. En substituant le ciment par le calcaire, cet apport diminue à 60 % pour le PC et augmente à 50% pour le LS. Pour un dosage de 0.4%, les courbes perdent de leur linéarité et tendent vers un dosage de saturation au-delà de ce taux. Le mortier témoin trouve sa viscosité

diminuée de 80% avec le PC et 56% avec le LS. Pour les mortiers au calcaire, cette baisse de viscosité atteint 74% avec le PC et 54% avec le LS.

En remplaçant le ciment ordinaire par du laitier et en variant les dosages des deux superplastifiants, on obtient les résultats récapitulés sur la figure 4.15. D'après ces résultats, on remarque que la viscosité du mortier varie considérablement. Les superplastifiants engendrent une baisse linéaire de la viscosité avec le dosage. Au-delà de 0.2%, cette linéarité est moins marquée surtout avec le superplastifiant LS. Pour un mortier témoin, la viscosité chute de 64 et 41% respectivement pour 0.2% de PC ou de LS. En substituant le ciment par 10, 20 et 30% du laitier, 45, 42 et 38 % de baisse de viscosité sont respectivement enregistrés avec le PC et 44, 34 et 17% avec le LS. Pour un dosage de 0.4% en superplastifiant, l'effet de la présence du laitier est bien observé où la baisse de la viscosité est enregistrée pour un taux élevé du laitier (30%) avec le PC et pour un taux optimal (20%) du laitier avec le LS (figure 4.16). De même, il s'avère qu'un taux de 10% de laitier rend le mortier plus visqueux, donnant ainsi une plus grande viscosité aux mortiers adjuvantés par 0.4% des deux superplastifiants.

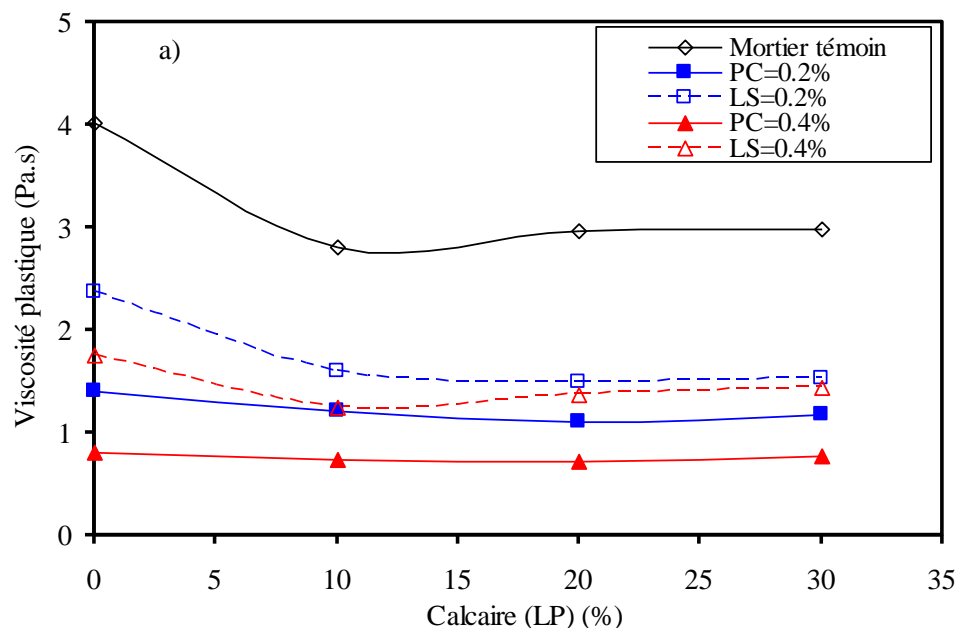


Figure 4.13 : Variation de la viscosité plastique des mortiers au calcaire pour différents types et dosages en superplastifiants.

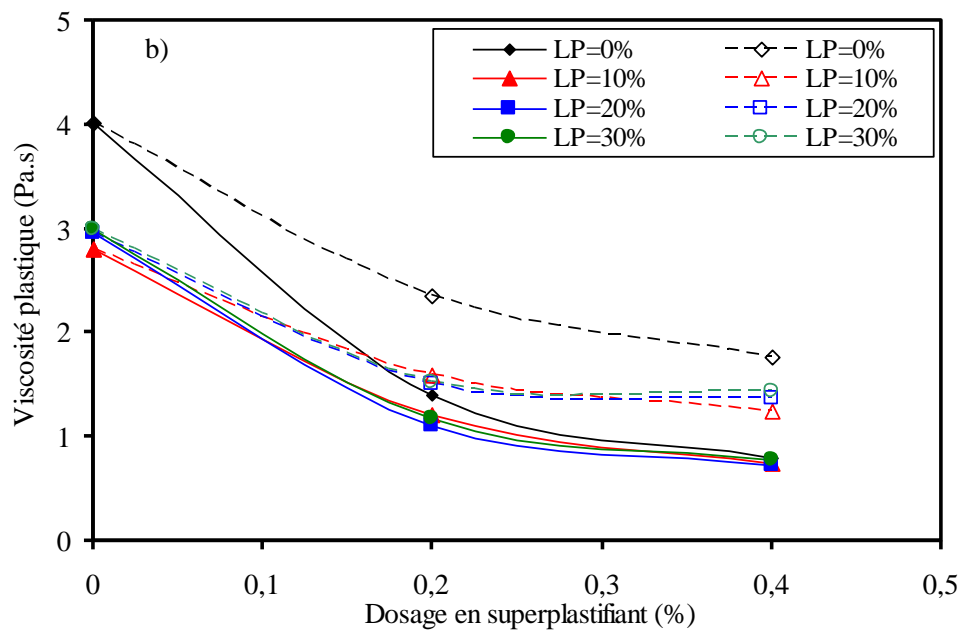


Figure 4.14 : Variation de la viscosité plastique des mortiers au calcaire en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.

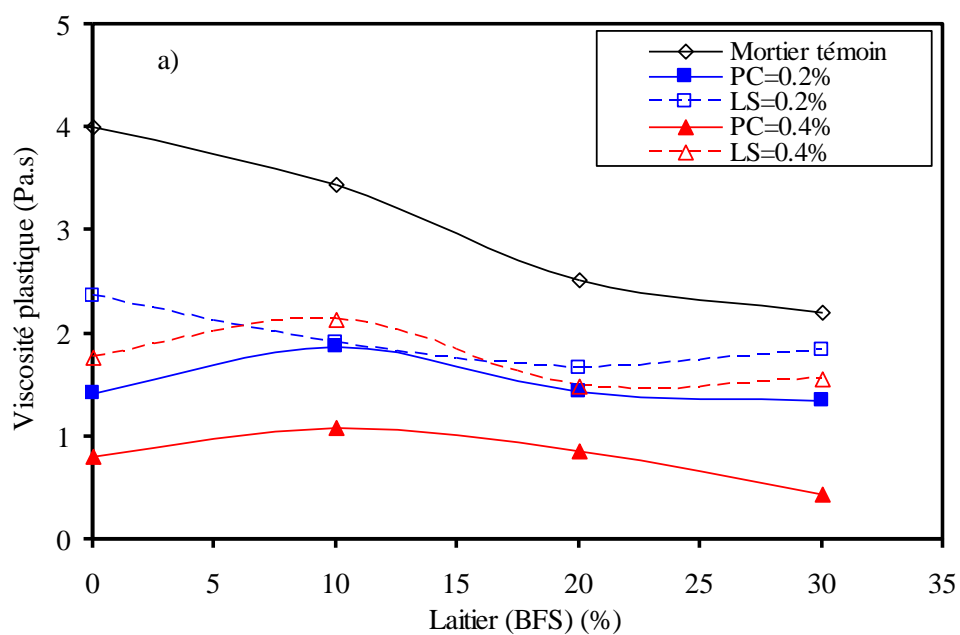


Figure 4.15 : Variation de la viscosité plastique des mortiers au laitier pour différents types et dosages en superplastifiants.

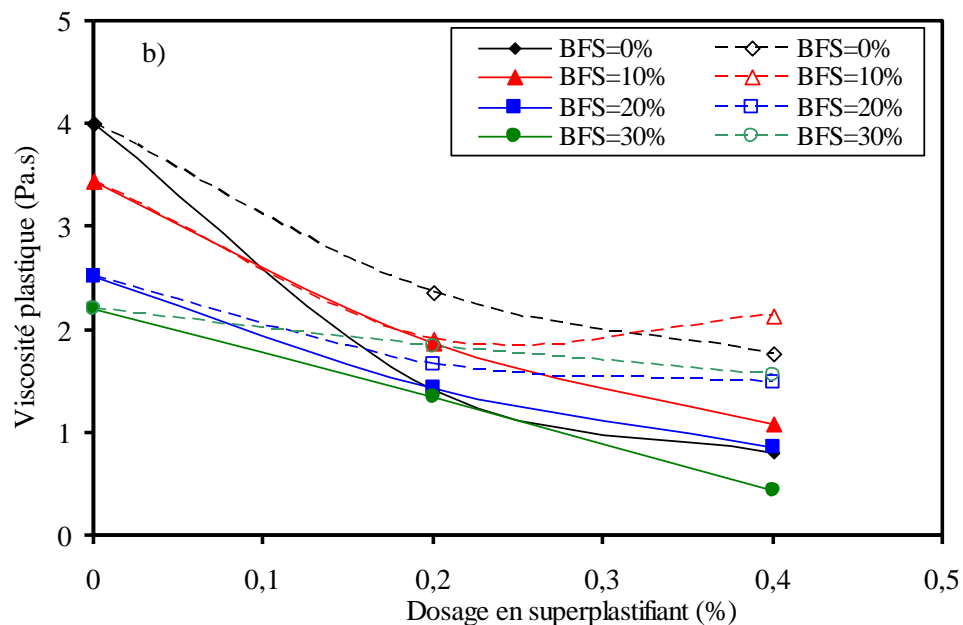


Figure 4.16 : Variation de la viscosité plastique des mortiers au laitier en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.

Les résultats de la viscosité, obtenus pour des mortiers renfermant différents taux de pouzzolane naturelle, sont illustrés sur les figures 4.17 et 4.18. Il est bien observé l'effet négatif de la pouzzolane sur la viscosité du mortier où les variations sont croissantes et d'autant plus lorsque le mortier n'est pas adjuvanté. Pour le mortier non adjuvanté, la viscosité augmente de 24, 79 et 87% respectivement lorsque l'on remplace le ciment par 10, 20 et 30% de pouzzolane naturelle. Lorsque le mortier est adjuvanté par 0.2% de PC, la viscosité s'accroît de 55, 93 et 160% respectivement pour les mortiers contenant 10, 20 et 30% de pouzzolane naturelle. Cette augmentation n'est pas aussi significative lorsque l'adjuvant est le LS où l'augmentation n'atteint que 35, 78 et 138%. La figure 4.18 montre un effet positif des deux superplastifiants sur l'amélioration de la viscosité des mortiers pouzzolaniques. Cette amélioration est plus marquée pour un dosage de 0.2%, au-delà duquel l'efficacité devient moins importante, surtout pour le PC. Pour 0.2% de superplastifiant, il est signalé que 20% de pouzzolane naturelle engendre une plus grande fluidité par rapport au mortier témoin où on a enregistré 62 et 41% de baisse de viscosité respectivement avec le PC et le LS. Pour les mortiers adjuvantés par 0.4% de superplastifiants, le même pourcentage de 20% engendre une baisse de 71 et 60% par rapport au mortier non adjuvanté.

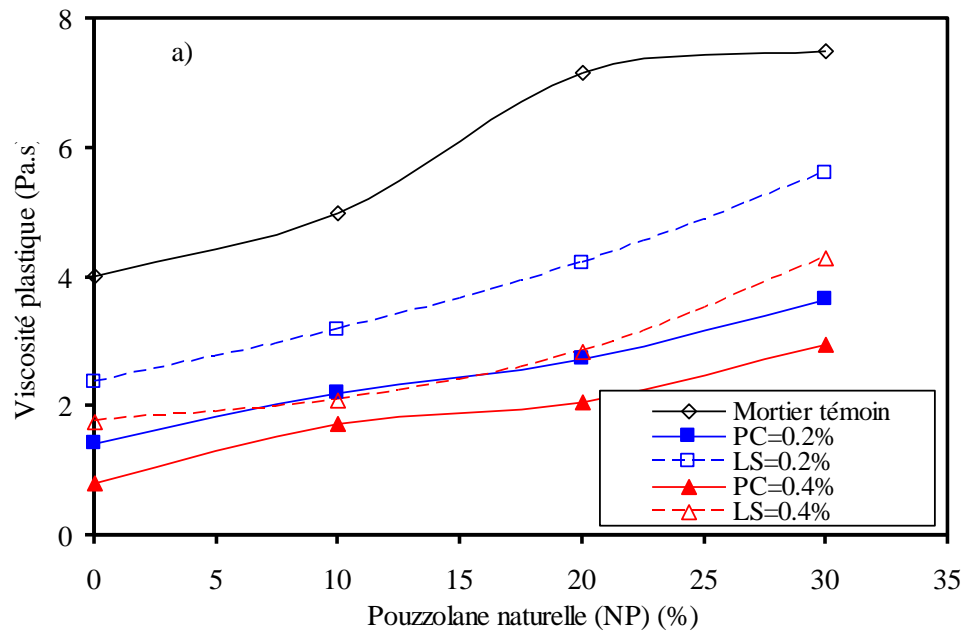


Figure 4.17 : Variation de la viscosité plastique des mortiers à la pouzzolane naturelle pour différents types et dosages en superplastifiants.

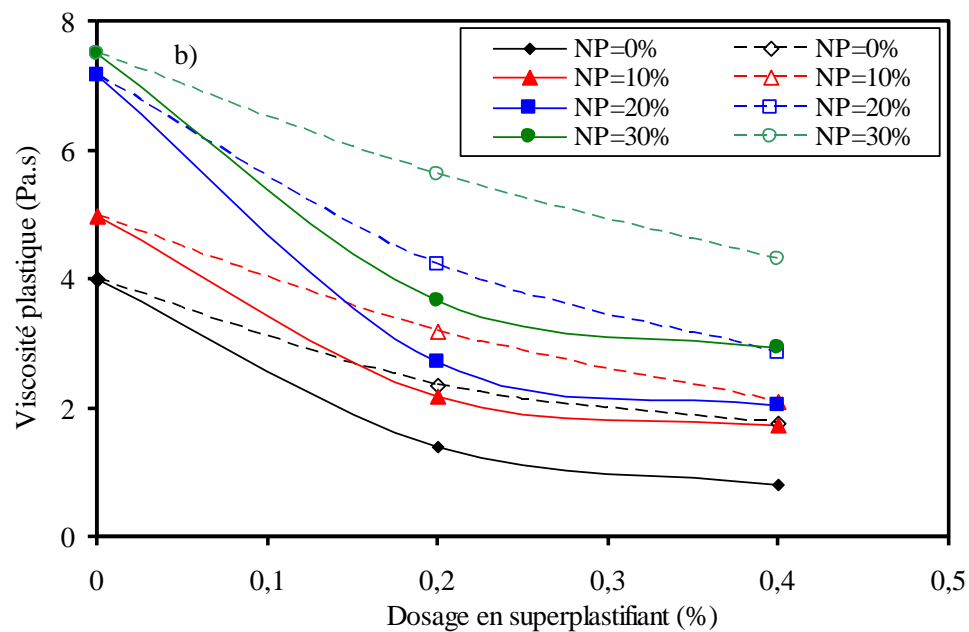


Figure 4.18 : Variation de la viscosité plastique des mortiers à la pouzzolane naturelle en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.

Les figures 4.19 et 4.20 regroupent les résultats de la viscosité mesurée pour différents taux de fumée de silice et différents types et dosages de superplastifiants. Pour un mortier non adjuvanté, la viscosité augmente de 17, 32 et 69% respectivement lorsqu'on substitue le ciment par 10, 20 et 30% de fumée de silice. De ceci, on peut conclure que l'utilisation de la fumée de silice au-delà de 10% n'engendre que des effets négatifs sur la rhéologie du mortier. De même, on remarque que pour 0.2% de superplastifiant, la

viscosité du mortier contenant 30% de fumée de silice, s'accroît de 314% avec le PC et 125% avec le LS. Cette augmentation atteint 186 et 158% respectivement pour les deux superplastifiants. L'effet du superplastifiant est presque linéaire sur la diminution de la viscosité comme, c'est illustré sur la figure 4.20. L'effet du superplastifiant est relativement doublé en passant d'un dosage de 0.2% à un dosage de 0.4% de chaque superplastifiant et d'une façon plus voyante pour un taux de fumée de silice de 10%.

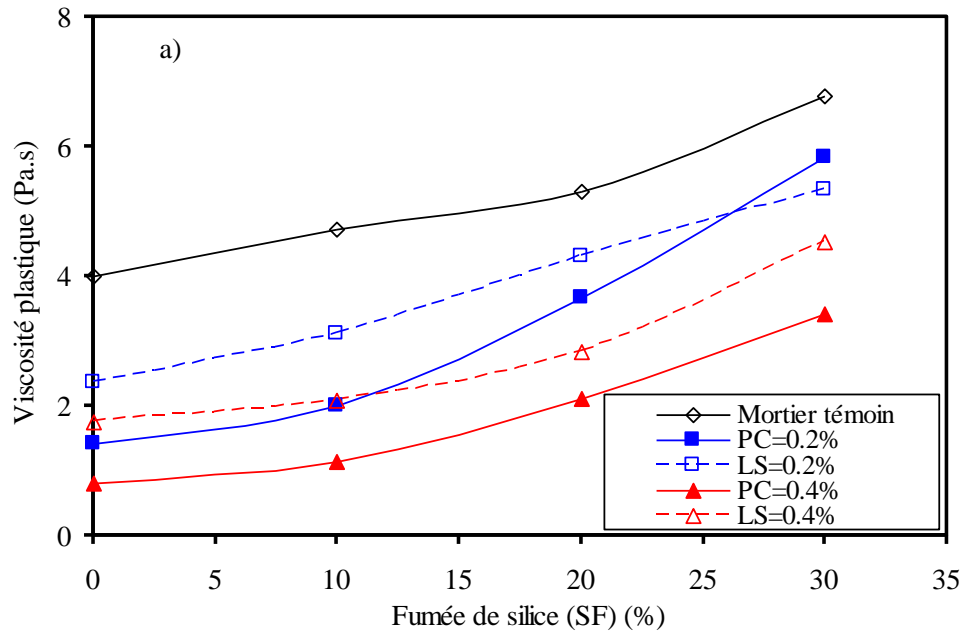


Figure 4.19 : Variation de la viscosité plastique des mortiers à la fumée de silice pour différents types et dosages en superplastifiants.

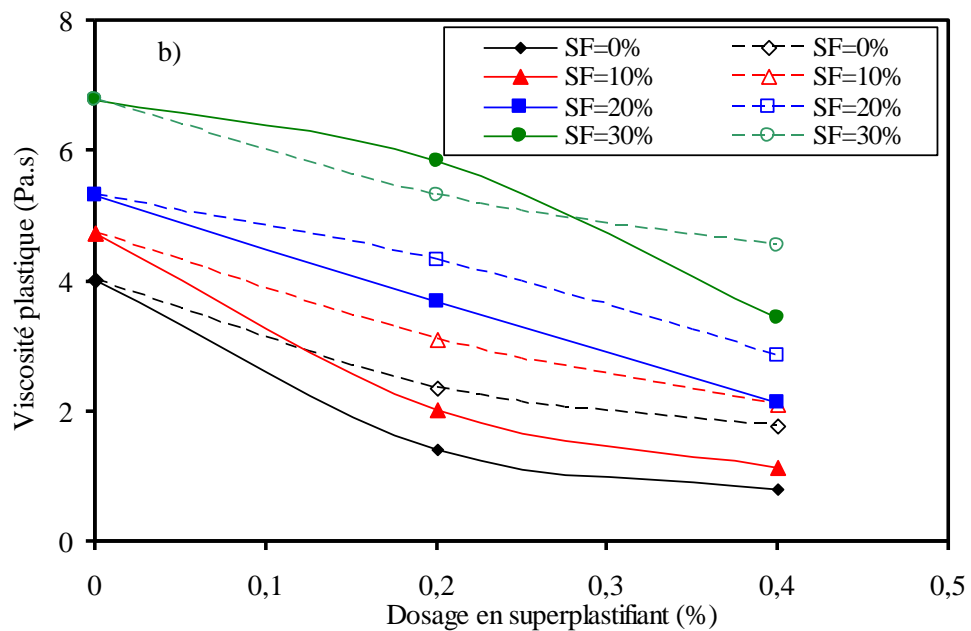


Figure 4.20 : Variation de la viscosité plastique des mortiers à la fumée de silice en fonction du dosage de deux types de superplastifiants.

4.5. Discussion des résultats

Il est clair que les mortiers avec des additions minérales présentent un comportement rhéologique différent que celui du mortier sans addition. Cet effet est lié à la distribution de la taille des particules, la finesse, la composition minéralogique de ciment et les additions minérales utilisées.

Certaines additions minérales augmentent la quantité de superplastifiant nécessaire pour maintenir une ouvrabilité constante comme rapporté par Nehdi et *al.* [108]. L'amélioration de la fluidité du mortier apportée par la présence du calcaire conforte celle obtenue par plusieurs auteurs [109,110] telle que pour un dosage constant en ciment ou un rapport E/C constant, l'ajout du filler calcaire contribue à diminuer le seuil de cisaillement et la viscosité plastique. Ce résultat est similaire à celui trouvé par Yahia et *al.* [103], où l'ajout du filler calcaire provoque une augmentation de la viscosité plastique lorsque le dosage est supérieur à une certaine valeur critique. Ceci est attribué aux particules fines du filler calcaire, qui améliorent la distribution granulaire des grains, remplissent les vides disponibles entre les particules du mortier et augmentent la compacité du mélange. Par conséquent, la quantité d'eau qu'occupaient ces vides est libérée dans la solution interstitielle, ce qui se traduit par une meilleure fluidité.

Les résultats obtenus montrent que le laitier de haut fourneau à un comportement opposé entre la viscosité et le seuil de cisaillement. Les résultats sont conformes à ceux trouvés par Atzeni et *al.* [111] où les paramètres rhéologiques, le seuil de cisaillement et la viscosité plastique peuvent augmenter ou diminuer avec un additif de laitier. Cela dépend de la relation entre la surface spécifique du ciment et du laitier. Par contre, Park et *al.* [81] ont observé que le remplacement du ciment avec le laitier de haut fourneau peut réduire à la fois le seuil de cisaillement et la viscosité de la pâte de ciment. On peut conclure que l'addition du laitier de haut fourneau avec une large distribution granulométrique améliore la compacité du mélange et augmente la quantité de l'eau libre ce qui offre un bon comportement rhéologique des ciments composés [147]. Cela s'accorde avec les petites particules sphériques de laitier (taille moyenne 8,07 μm) observées par Zang et Han [23] entre de grosses particules de ciment (taille moyenne 18,07 μm). Shafigh et *al.* [129] ont conclu que la gamme de 20 à 30% représente le niveau optimal de substitution du laitier pour atteindre une maniabilité maximale. La même observation a été faite par

Boukendakdji et *al.* [148] où la substitution du ciment par le BFS est avérée être très bénéfique pour le béton autoplaçant. Une amélioration de la maniabilité a été observée en utilisant jusqu'à 20% de laitier de hauts fourneaux.

Les résultats de la pouzzolane naturelle sont similaires à ceux trouvés par Şahmaran et *al.* [95] dans lesquels l'augmentation de la quantité de zéolite augmente significativement le seuil de cisaillement et la viscosité plastique pour un dosage de superplastifiant constant. La Pouzzolane naturelle a un comportement rhéologique similaire à celui de la fumée silice en raison de l'augmentation des interactions entre les particules fines [95]. Certains chercheurs [95,149] ont confirmé que la viscosité augmente rapidement en fonction du taux de substitution de la fumée de silice ou de la pouzzolane naturelle, tels que le seuil de cisaillement est de 3 à 10 fois le seuil de la pâte de ciment sans fumée de silice. L'augmentation des paramètres rhéologiques du ciment pouzzolanique est due à un système de vides et de canaux présents dans la structure de leurs grains, qui conduisent à l'adsorption de l'eau libre de mélange. Une autre explication possible de ce phénomène accorde cette baisse des propriétés rhéologiques des ciments pouzzolaniques au grand volume de la pâte résultant de la substitution d'un ciment de forte densité par une addition minérale de densité plus faible [95].

Kwan [125] a montré, en étudiant l'utilisation de la fumée de silice pour la fabrication des bétons de hautes résistances et auto-compactants, que l'ouvrabilité d'un béton augmente avec le pourcentage de fumée de silice pour un rapport eau/liant constant. Au-delà de ce taux de substitution, la fumée de silice absorbe une quantité d'eau considérable, fait chuter l'ouvrabilité et augmenter les propriétés rhéologiques du mortier [150]. Ce résultat est similaire aux résultats trouvés et conforme à celui trouvé par Aitcin et *al.* [69]. Ces derniers ont constaté que sans superplastifiant, la viscosité augmente rapidement en fonction du dosage en fumée de silice. Dans cette recherche, le seuil de cisaillement varie de 12.6 pour un mortier témoin à 15.5, 18.3 et 26.3 Pa respectivement pour des mortiers contenant 10, 20 et 30% de fumée de silice. Ces résultats s'accordent avec ceux trouvés par Grzeszczyk et Janowska-Renkas [137] où l'utilisation des additions ultrafines augmente le seuil de cisaillement et la viscosité plastique de la pâte de ciment.

Les superplastifiants jouent un rôle fondamental dans l'amélioration des propriétés rhéologiques du mortier et du béton. Au-delà de 0.2% de dosage, le superplastifiant PC à

base de polycarboxylate conduit à une grande ouvrabilité et le mortier témoin atteint 12 cm d'affaissement. Par contre cet affaissement n'est que 10 cm lorsque le superplastifiant LS à base de lignosulfonates est utilisé. Ces résultats ont été confirmés par Banfill [151] qui affirme que l'utilisation de superplastifiant à base de polycarboxylate, à des dosages élevés, diminue le seuil de cisaillement des mortiers. De même, Park et *al.* [81] montrent que le seuil de cisaillement et la viscosité plastique diminuent avec la présence d'un superplastifiant. L'efficacité du superplastifiant PC peut être attribuée à sa nature chimique, formée de longues chaînes moléculaires qui permettent de bien recouvrir les particules de ciment et d'assurer une bonne dispersion. Ceci est en conformité avec d'autres résultats [32,78] qui ont prouvé que les superplastifiants constitués de polymère avec de longues chaînes ont des possibilités de dispersion plus élevées. De même, Banfill [150] a montré que cette nouvelle génération de superplastifiants (PC) conduit à une forte réduction d'eau et maintient la maniabilité optimale. Aujourd'hui, les superplastifiants à base de polycarboxylates sont considérés comme les plus efficaces de tous les adjuvants chimiques utilisés dans le béton [152].

D'après Heikal et *al.* [153] le superplastifiant, à base de polycarboxylate adsorbé sur les surfaces des particules du ciment, crée une charge négative sur les grains du ciment causant une répulsion électrostatique, ce qui augmente les distances entre les particules et améliore la fluidité de la pâte. Ainsi Puertas et *al.* [154] ont trouvé qu'un dosage de 0.3% de PC réduit le seuil de cisaillement de la pâte de 70%, et par conséquent la viscosité de la pâte diminue. Dans le cas de cette étude, cette réduction est de 82% pour 0.4% de PC et de 43% pour 0.4% de LS.

4.6. Modélisation des paramètres rhéologiques

D'après les résultats obtenus, on peut signaler l'effet important du taux de substitution des additions minérale et du dosage en superplastifiant sur les paramètres rhéologiques du mortier. Donc, il devient plus intéressant de trouver une relation qui relie chaque paramètre rhéologique avec la composition du mortier. Sur la base de plusieurs corrélations et de modèles proposés, la relation suivante a été arrêtée et qui s'exprime par l'équation suivante :

$$X = X_0 (1 - k_p p^\alpha) (1 - k_{sp} sp^\beta) (1 - k_c p \cdot sp) \quad (4.1)$$

Avec X_0 représente les paramètres rhéologiques des mortiers sans addition minérale ni superplastifiant. p représente le taux de substitution en additions minérales. S_p représente le dosage en superplastifiant. Les coefficients k_p , k_{sp} , k_c représentent respectivement les coefficients de l'ajustement des résultats expérimentaux par la méthode des moindres carrées. Le coefficient k_p représente l'effet de l'addition minérale sur la variation des paramètres rhéologiques. Le coefficient k_{sp} représente l'effet du superplastifiant où sa valeur positif reflète l'efficacité du produit utilisé. Le coefficient k_c représente l'interaction entre l'addition minérale et le superplastifiant où sa valeur positive reflète la compatibilité des produits utilisés. Les valeurs des exposants a et b indiquent l'influence des additions minérales et les superplastifiants sur les paramètres rhéologiques. D'après les résultats obtenus, les exposants α et β prennent des valeurs constantes de 1.5 et 0.5 pour les différents mortiers testés. Le tableau 4.2 récapitule les valeurs trouvées pour les trois coefficients (k_p , k_{sp} , k_c) pour chaque mortier et pour chaque paramètre rhéologique.

Tableau 4.2 : Valeurs des coefficients de l'équation 4.1 trouvés pour chaque paramètre rhéologique et chaque mortier.

Coefficients	LP		BFS		NP		SF	
	Superplastifiant PC							
	μ (Pa.s)	τ (Pa)	μ (Pa.s)	τ (Pa)	μ (Pa.s)	τ (Pa)	μ (Pa.s)	τ (Pa)
X ₀	4.01	12.59	4.01	12.59	4.01	12.59	4.01	12.59
k _p	0.002	0.002	0.003	-0.004	-0.006	-0.0051	-0.0041	-0.0063
k _{sp}	1.317	1.21	1.295	1.175	1.162	0.765	1.33	1.28
k _c	-0.008	0.018	-0.076	-0.085	-0.015	-0.083	-0.184	-0.109
R ²	0.927	0.936	0.966	0.940	0.948	0.833	0.989	0.974
	Superplastifiant LS							
X ₀	4.01	12.59	4.01	12.59	4.01	12.59	4.01	12.59
k _p	0.002	-0.002	0.0029	-0.0044	-0.0056	-0.0055	-0.0042	-0.0065
k _{sp}	0.99	1.21	0.916	0.644	1.057	0.572	0.948	0.549
k _c	-0.0048	0.0181	-0.044	0.020	0.040	-0.042	-0.056	0.0092
R ²	0.849	0.936	0.885	0.750	0.905	0.925	0.982	0.976

L'effet de chaque coefficient est décrit sur le tableau 4.3 avec signes positifs et négatifs selon la contribution de chaque ajout sur les modifications des propriétés rhéologique du mortier. Le superplastifiant à base de polycarboxalates semble plus efficace en présence du laitier et du calcaire et perd une partie de son effet avec la pouzzolane naturelle et la fumée de silice. En outre, sa contribution est plus notable sur la viscosité que sur le seuil de cisaillement. L'effet des additions minérales utilisées diffère selon leur interaction avec le ciment et le superplastifiant.

Tableau 4.3 : Effet de chaque coefficient sur les paramètres rhéologiques

Adjuvant		Superplastifiant (PC)				Superplastifiant (LS)			
Paramètres rhéologiques		LP	BFS	NP	SF	LP	BFS	NP	SF
seuil de cisaillement	Effet de l'addition minérale k_p	+	--	--	----	-	--	--	----
	Effet du superplastifiant k_{sp}	++	++	+	++	++	+	+	+
	Effet de l'interaction k_c	++	--	--	----	+	+	-	+
viscosité plastique	Effet de l'addition minérale k_p	+	+	----	--	+	+	----	--
	Effet du superplastifiant k_{sp}	+++	+++	+++	+++	++	++	++	++
	Effet de l'interaction k_c	--	--	-	----	-	-	+	--

Signe arbitraire : Effet positif ; (+) faible, (++) moyen, élevé (+++)
 Effet négatif ; (-) faible, (- -) moyen, élevé (- - -)

Le calcaire et le laitier agissent très efficacement et réduisent les paramètres rhéologiques tandis que la pouzzolane naturelle empêche l'adsorption du superplastifiant sur les grains de ciment, en raison des aluminates et les alcalis contenus dans sa composition. De même, la fumée de silice semble très absorbante à l'eau à cause de sa finesse élevée et qui laisse peu d'eau disponible à la lubrification du ciment.

Les figures 4.21, 4.22, 4.23 et 4.24 montrent une comparaison des valeurs expérimentales des paramètres rhéologiques et ceux trouvés par l'Equation (4.1). La relation linéaire est convaincante et les coefficients de corrélation sont très proches de l'unité. L'écart type sur la valeur de la viscosité en fonction de cette relation est la plus basse tandis que la prédiction du seuil de cisaillement atteint une variation inférieure à 6%.

La précision de l'Equation (4.1) est plus appréciable dans le cas des mortiers avec LP ou BFS où le coefficient de corrélation R^2 prend des valeurs proches de l'unité. Pour les mortiers contenant de la pouzzolane naturelle la corrélation est faible, en particulier pour les valeurs du seuil de cisaillement. Le coefficient de corrélation entre les valeurs calculées et mesurées est de 0,83 et 0,95 respectivement pour le seuil de cisaillement et la viscosité plastique.

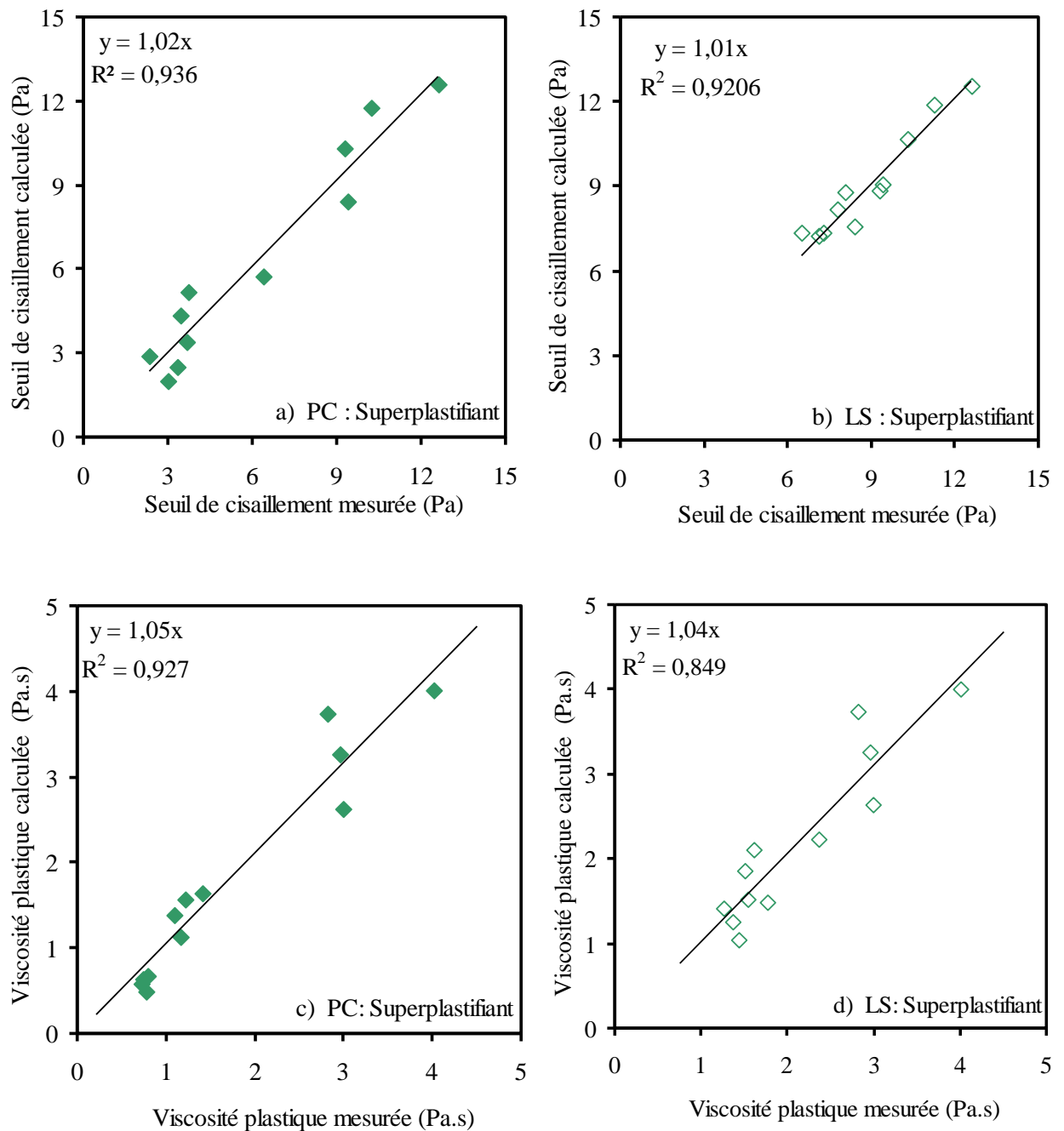


Figure 4.21 : Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de calcaire et les deux superplastifiants.

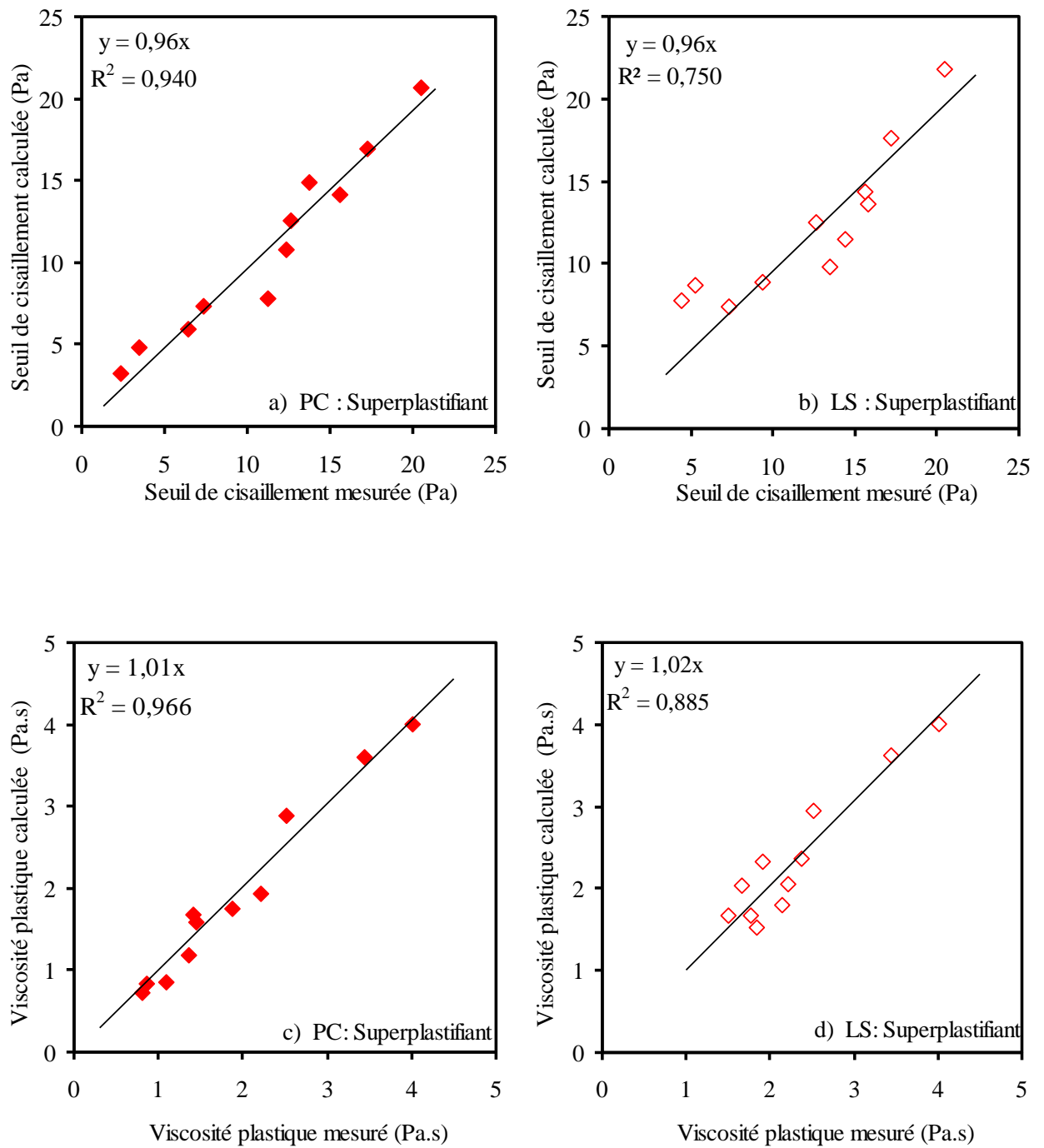


Figure 4.22 : Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de laitier et les deux superplastifiants.

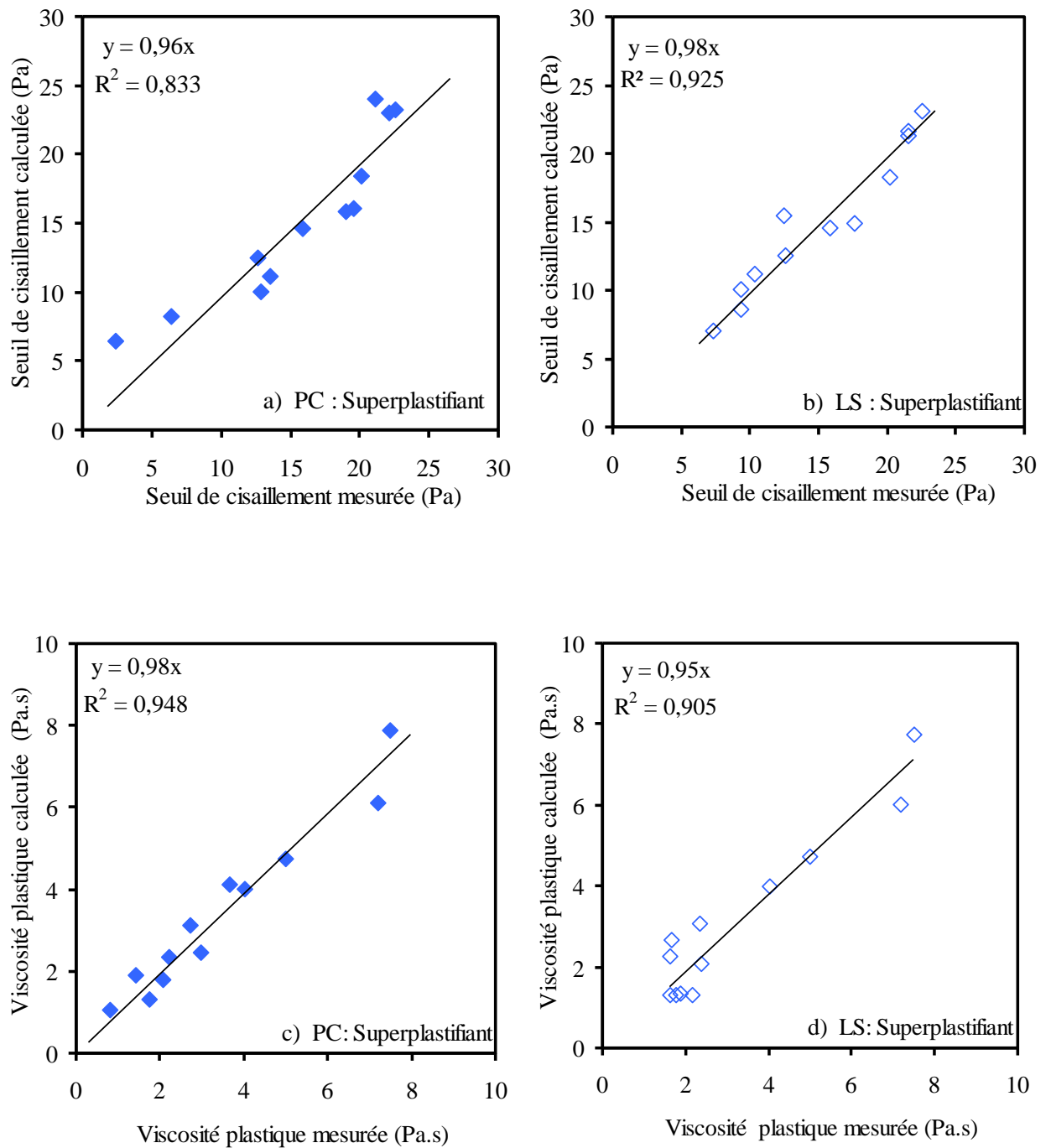


Figure 4.23 : Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de la pouzzolane naturelle et les deux superplastifiants.

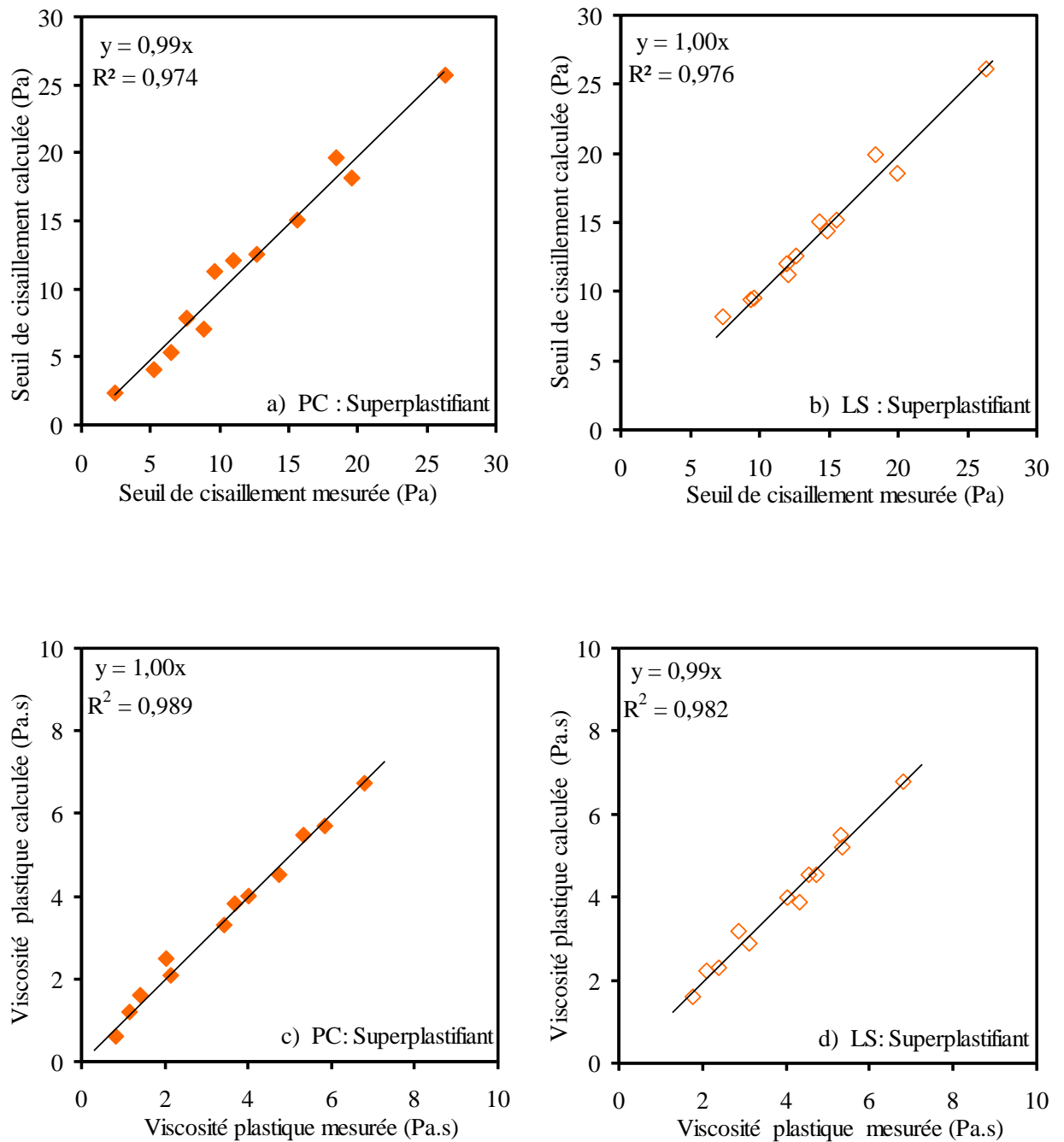


Figure 4.24 : Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de fumée de silice et les deux superplastifiants.

Afin de vérifier la validité l'Equation (4.1) pour prédire les paramètres rhéologiques des mortiers avec différentes quantités d'additions minérales et de superplastifiant, les valeurs prédites sont comparées avec les résultats rapportés par d'autres chercheurs. Douze coulis de ciment, contenant différents taux de zéolite, ont été testés par Sahmaran et *al.* [95] pour quantifier l'effet du superplastifiant et du rapport E/C sur la rhéologie de ces coulis. Ces coulis possèdent un taux de zéolite de 20, 30 et 40% et un dosage en superplastifiant de 0.25, 0.5, 0.75, 1% de polycarboxylates. De même, Grzeszczyk et Janowska-Renkas [137] ont présenté des résultats sur les propriétés rhéologiques du ciment contenant 20 à 80% de laitier. La mixture est adjuvantée par 1 et 1.5% de superplastifiant à base de polycarboxylates et mixée avec un rapport E/C de 0.4. En plus, d'autres résultats ont été menés par Christianto [155] sur la rhéologie du ciment avec un rapport E/C de 0.36 et différents taux de substitution de calcaire.

Les résultats de ces trois études montrent que la présence des additions minérales et des superplastifiants modifient les propriétés et les paramètres rhéologiques des mortiers et des ciments utilisés. Les figures 4.25, 4.26 et 4.27 représentent une comparaison entre les valeurs du seuil de cisaillement et de la viscosité plastique mesurées et calculées en utilisant l'équation (4.1). Le tableau 4.4 récapitule les coefficients trouvés de l'équation (4.1) pour chaque mortier et pour chaque paramètre rhéologique.

Le coefficient k_p qui représente l'effet de l'addition minérale sur la variation des paramètres rhéologiques prend des valeurs négatives pour les mortiers à base de pouzzolane naturelle, ce qui vérifie la baisse de l'ouvrabilité observée. Ce coefficient prend des valeurs positives pour les mortiers à base de laitier et devient supérieur à l'unité en présence du calcaire, ce qui conforte la conclusion trouvée pour ces deux additions.

Le coefficient k_{sp} , caractérisant l'effet du superplastifiant, prend des valeurs positives pour les différentes additions où son efficacité augmente du calcaire vers la pouzzolane. Cette dernière est bien connue par son caractère absorbant et par sa forte affinité à l'eau ce qui la rend le mortier moins maniable. Des faibles valeurs sont obtenues pour le coefficient k_c à l'exception où le calcaire est ajouté en prenant même des valeurs négatives pour des taux de substitution très élevés.

Tableau 4.4 : Coefficients de l'équation (4.1) trouvés pour chaque paramètre rhéologique par corrélation avec d'autres travaux de recherche

Travaux	Christianto [155]		Grzeszczyk and Janowska [137]		Şahmaran et al. [95]	
Addition minéral	LP		BFS		NP	
Coefficient	μ (Pa.s)	τ (Pa)	μ (Pa.s)	τ (Pa)	μ (Pa.s)	τ (Pa)
X_0	0.44	99	0.36	26.20	0.03	5.13
k_p	1.090	1.560	0.0008	0.001	-0.040	-0.017
k_{sp}	1.240	1.710	0.320	0.830	0.780	0.5
k_c	-6.280	1.880	0.0023	0.007	-0.032	-0.003
R^2	0.911	0.950	0.916	0.973	0.977	0.903

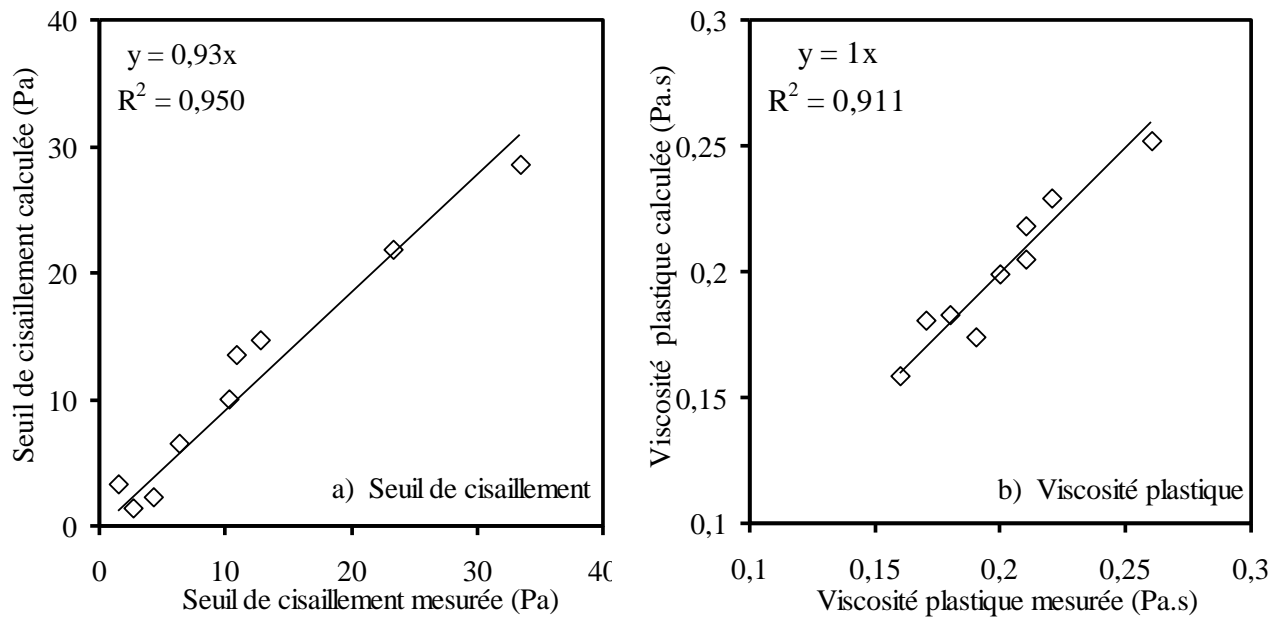


Figure 4.25 : Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de calcaire (Christianto [155]).

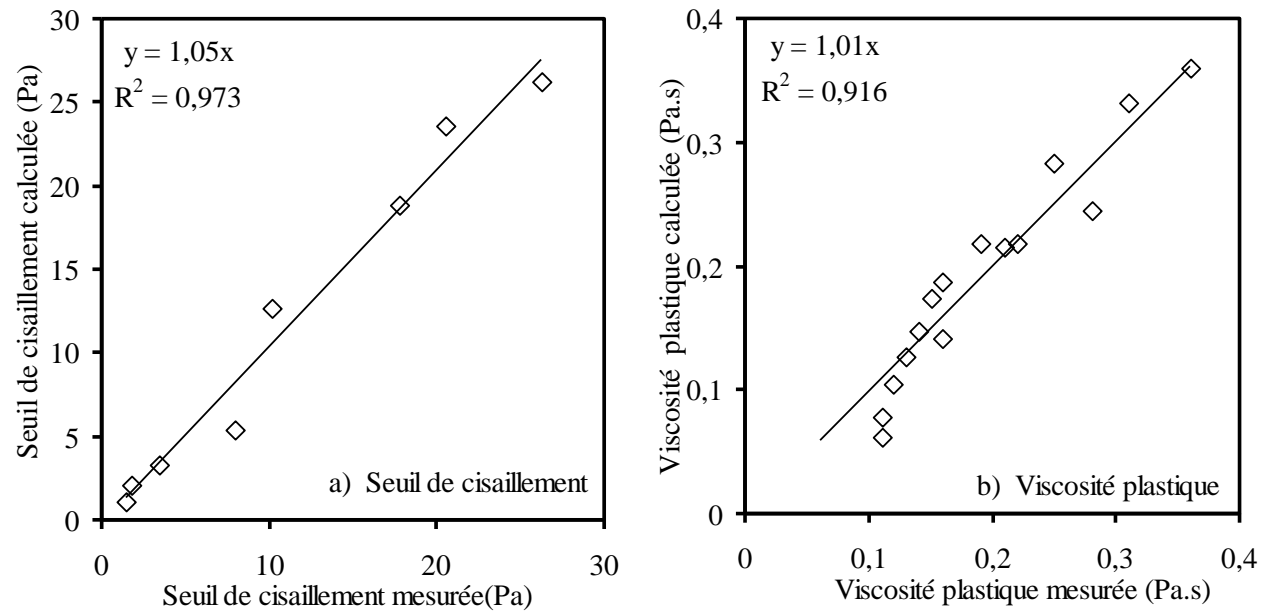


Figure 4.26 : Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de laitier (Grzeszczyk et Jnowska [137])

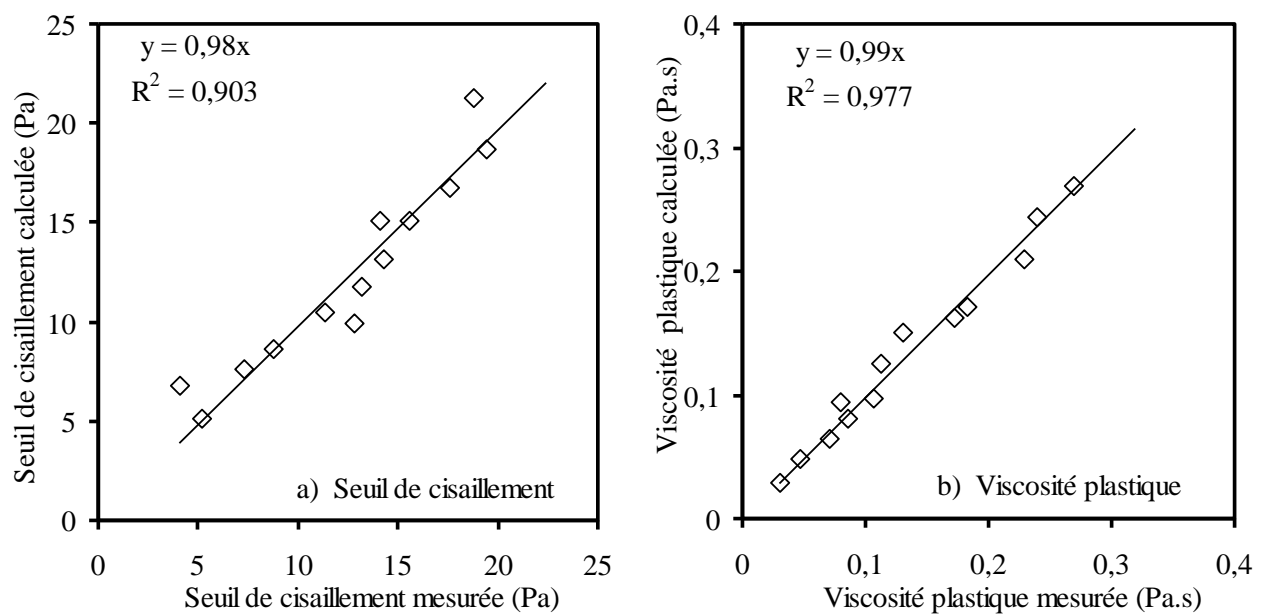


Figure 4.27 : Comparaison entre les paramètres rhéologiques mesurés et calculés par l'équation (4.1) d'un mortier à base de zéolite (Şahmaran [95]).

4.7. Conclusion

Les superplastifiants sont des adjuvants efficaces pour diminuer la viscosité des matériaux cimentaires. Le polycarboxylate est le plus compatible qui offre moins de viscosité et moins de seuil de cisaillement au mortier. Le laitier des hauts fourneaux ainsi que le calcaire représentent des additions qui améliorent l'ouvrabilité et nécessitent moins d'adjuvant et moins d'eau de gâchage. La pouzzolane naturelle et la fumée de silice se caractérisent par une grande absorption d'eau ainsi une chute de l'ouvrabilité du mortier. Le choix du couple addition minérale et organique demeure primordial afin de conserver leur compatibilité. Malgré la grande efficacité du polycarboxylate, le superplastifiant à base de lignosulfonate trouve des cas de compatibilité pour des taux élevés de pouzzolane naturelle (30%) et de laitier (30%) lorsque son dosage atteint les 0.4%.

Chapitre 05

*Effet de l'épaisseur du film d'eau sur le
comportement rhéologique*

5.1. Introduction

Dans la confection du mortier ou du béton, l'eau doit être plus que suffisante pour remplir les vides entre les particules solides du ciment et les agrégats fins alors que le volume de la pâte doit être plus que suffisant pour remplir les vides entre les particules solides des agrégats fins et grossiers. Donc, on doit avoir assez d'eau pour couvrir toutes les particules fines et assez de pâte pour couvrir tous les agrégats. Par conséquent, il peut être supposé que l'épaisseur du film d'eau (water film thickness) et l'épaisseur de la pâte (paste film thickness) ont des effets majeurs sur la rhéologie du mortier. Dans cette étude, on essaye d'appliquer cette approche pour comprendre les propriétés rhéologiques du mortier en combinaison avec la quantité et le type des additions minérales et organiques employées.

5.2. Compacité du squelette granulaire

A l'échelle macroscopique, le béton ou le mortier peuvent être considérés comme un mélange comprenant des particules de granulat et la pâte de ciment. Les particules de cet ensemble couvrent des tailles allant de 75 μm à la taille maximale de l'agrégat (peut-être 10, 20 ou 40 mm). Les particules de taille fine comblent les vides entre les particules de plus grande taille alors que ces dernières vont se loger autour des particules de même taille (figure 5.1). Dans la partie de mortier ou de béton, l'eau doit être plus que suffisante pour remplir les vides entre les particules solides de ciment alors que le volume de pâte doit être plus que suffisant pour remplir les vides entre les particules solides. Donc, il doit y avoir un excès d'eau pour former des pellicules d'eau de revêtement sur toutes les particules solides et un excédent de pâte pour former une couche d'enrobage sur les particules d'agrégats.

Par conséquent, il peut être supposé que l'épaisseur du film d'eau (EFE) et l'épaisseur de pâte (EP) ont des effets majeurs sur la rhéologie du mortier. Dans cette étude, les effets combinés de la EFE et EP sur la rhéologie, la cohésion et d'adhésion de mortier ont été étudiés en testant des échantillons de mortier avec plus ou moins d'eau, de ciment et d'agrégats contenu. Il a été constaté que, bien que la EFE est le facteur le plus important qui régit la rhéologie du mortier, la EP a également des effets significatif. En particulier, la EP a certains effets intéressants sur la cohésion et l'adhérence du mortier, qui

doit être dûment prise en considération dans la conception du mortier et du béton de hautes performances.

Ce remplissage des vides successifs en particules plus fines peut diminuer le volume des vides et augmenter la compacité du mélange comme le montre la figure 5.1. Etant donné que la pâte de ciment doit d'abord remplir les vides dans le volume apparent des agrégats, il revient à la pâte en excès de lubrifier le mélange du béton. Pour une pâte donnée, une compacité élevée conduit à l'amélioration de l'ouvrabilité du béton (figure 5.1.b) et pour une ouvrabilité requise elle mène à une réduction du volume de la pâte de ciment (figure 5.1.a).

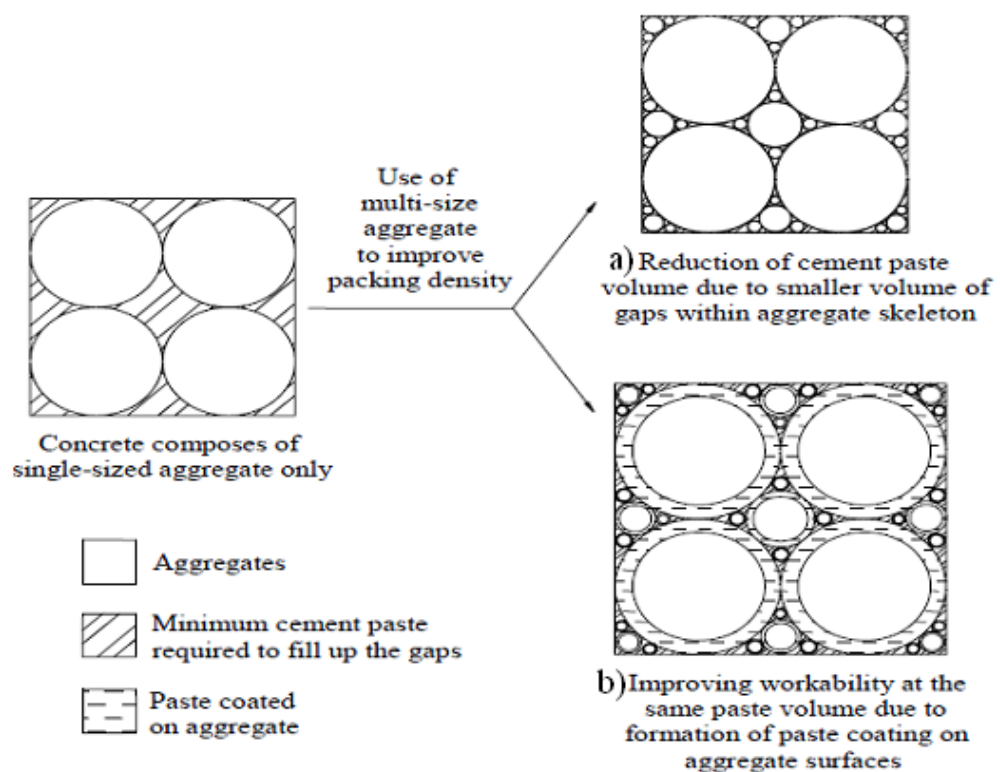


Figure 5.1 : Modèle de compacité [156]

A l'échelle microscopique, une pâte de ciment est composée de matériaux cimentaire avec des grains fins de différentes tailles allant de 1 à 75 μm et de l'eau. Comme pour le cas des agrégats, le remplissage successif des vides en particules de plus petite taille peut diminuer le volume des vides et augmenter la compacité des matériaux cimentaires. Puisque l'eau doit d'abord remplir les vides dans le volume apparent des matériaux cimentaires, il revient à la quantité de l'eau en excès de lubrifier les grains de ciments. Pour un volume d'eau donné, la compacité maximale de la pâte conduit à

améliorer la fluidité et pour une fluidité requise elle mène à réduire l'eau de gâchage et à améliorer la résistance et la durabilité.

5.3. Epaisseur du film d'eau

L'eau disponible pour la lubrification des grains solides forme une couche fine autour des grains. Cette couche joue un rôle fondamental dans la dispersion des grains et favorise la mixture à l'écoulement. Il a été constaté que la surface spécifique du système de particules a également un grand effet sur la rhéologie de la pâte de ciment, du mortier et du béton. En général, plus la surface spécifique augmente, plus la fluidité de la pâte de ciment, du mortier et du béton diminue. Ceci peut être expliqué en termes de l'épaisseur du film d'eau enrobant les particules solides, comme c'est représenté sur la figure 5.2. L'aptitude de la mixture à l'écoulement est directement liée à l'épaisseur du film d'eau et sera aussi importante que cette épaisseur sera plus élevée.

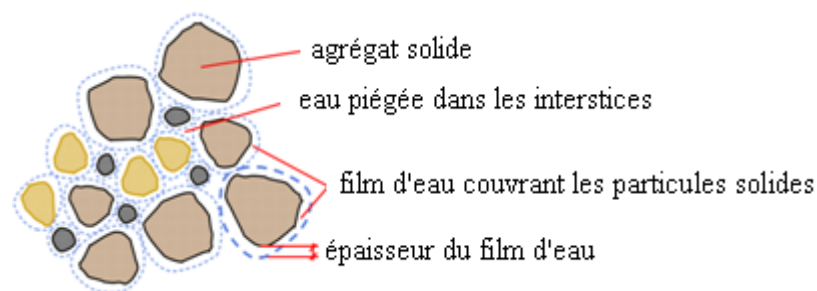


Figure 5.2 : Rôle du film d'eau sur l'ouvrabilité

5.4. Effet de l'épaisseur du film d'eau sur la rhéologie

En 1968, Powers [156] proposa l'approche de l'épaisseur de la pâte entourant les agrégats comme responsable des propriétés mécaniques du béton et de son ouvrabilité. Plus tard, Helmuth [157] concluait que l'épaisseur du film d'eau entourant les grains de ciment régit la consistance de la pâte de ciment. Dans une pâte de ciment fraîche, il est établi que l'épaisseur du film d'eau possède l'effet principal sur son comportement rhéologique. Dans un mortier, il vient s'ajouter l'épaisseur de la pâte entourant les agrégats comme un second facteur contrôlant le comportement rhéologique. Enfin, l'épaisseur du mortier entourant les gros agrégats peut contribuer à expliquer le comportement rhéologique du béton [158]. Des études récentes sur la compacité des mélanges granulaires

concluaient que l'épaisseur du film d'eau est le responsable principal qui gouverne le comportement rhéologique des pâtes de ciment [159], des mortiers [160] et du béton [158].

Il est bien établi que la compacité du mélange granulaire et l'épaisseur du film d'eau, recouvrant les grains solides, contrôlent la consistance et la fluidité du mortier et du béton. Zhang et *al.* [161]. signalaient que l'eau de gâchage est divisée en deux proportions : une partie pénètre dans les interstices entre les grains solides et ne participe pas à la fluidité du mélange alors que l'autre partie excédentaire recouvre les surfaces des grains et participe à l'amélioration de la fluidité. L'incorporation des additions minérales fines, pour remplir le vide entre les grains de ciment, est un moyen très efficace pour augmenter la compacité et réduire le volume de vide inter-granulaire. Si une quantité d'addition fine pénètre entre les grains de ciment, elle chasse l'eau piégée et la libère pour participer à la lubrification. L'effet filler des matériaux cimentaires conduit à une matrice plus dense et une mixture plus fluide, avec une plus forte résistance mécanique et une meilleure durabilité [162, 163,164]. Certains chercheurs [70, 150,137] rapportent que l'addition de la fumée de silice dégrade la rhéologie du mortier par contre dans d'autres recherches[122] aucune dégradation n'est observée sous le taux de 10%. D'autre part, les travaux de Kwan et Fung [160] mettent en évidence que la fumée de silice améliore et la compacité et l'ouvrabilité du mortier.

Certainement, la finesse des additions minérales joue un rôle fondamental dans l'amélioration de la compacité et la libération de l'eau pour la lubrification des grains. De même, elle apporte un effet néfaste en augmentant la surface spécifique totale et en diminuant l'épaisseur du film d'eau [120]. Donc, l'effet intrinsèque d'une addition minérale reste dépendant de son apport relatif sur l'amélioration de la compacité et sur la modification de la surface spécifique du mélange.

En utilisant une nouvelle méthode pour mesurer la compacité d'un mélange granulaire, Kwan et *al.* [158] ont conduit plusieurs recherches pour étudier l'effet combiné de l'eau de gâchage, la compacité et la surface spécifique sur le comportement rhéologique des pâtes et des mortiers. Le résultat de ces études abouti à la conclusion que l'épaisseur du film d'eau entourant les grains solides peut à elle seule décrire le comportement rhéologique d'une mixture.

5.5. Détermination de l'épaisseur du film d'eau

Pour déterminer l'épaisseur du film d'eau d'un échantillon de mortier, il est nécessaire tout d'abord de mesurer la compacité des particules solides dans le mortier composé de ciment et d'agréats fins. La compacité (c) du mélange est définie comme le rapport du volume absolu de la matière solide (V_s) au volume apparent des particules (V)

$$c = V_s / V \quad (5.1)$$

La porosité (p) du mélange est définie comme le rapport du volume absolu des vides (V_v) au volume apparent des particules (V).

$$p = V_v / V \quad (5.2)$$

L'indice des vides (e) est défini comme le rapport du volume des vides (V_v) au volume solide des particules (V_s).

$$e = V_v / V_s \quad (5.3)$$

L'indice des vides peut être évalué comme le rapport entre la porosité (p) et la compacité (c) et sera exprimé par:

$$e = \frac{p}{c} = \frac{1-c}{c} = \frac{1}{c} - 1 \quad (5.4)$$

Le taux d'eau en excès (ΔV_{ex}) est défini comme le rapport entre le volume d'eau en excès et le volume absolu des particules solides.

$$\Delta V_{ex} = \frac{V_e - V_v}{V_s} \quad (5.5)$$

D'autre part, la surface spécifique des particules solides SS_s est définie comme la surface solide de tous les constituants solides par unité volume solide, et elle est donnée par:

$$SSS = \alpha_c SS_c + \alpha_d SS_d + \alpha_a SS_a \quad (5.6)$$

où SS_c , SS_d et SS_a représentent respectivement les surfaces spécifiques du ciment, de l'addition minérale et des agrégats. Les coefficients α_c , α_d et α_a représentent respectivement le taux de volume occupé par le ciment, l'addition minérale et les agrégats. Avec la valeur du taux de volume d'eau en excès et la surface spécifique des solides constituants la mixture, l'épaisseur du film d'eau peut être déterminée par:

$$EFE = \frac{\Delta V_{ex}}{SSS} \quad (5.7)$$

5.5.1. Surface spécifique effective

Afin de trouver une relation fiable entre l'épaisseur du film d'eau et les paramètres rhéologiques, on a proposé une nouvelle expression effective de la surface spécifique des particules solides. Cette expression tient compte de l'effet de l'interaction solide entre les différents composants de la mixture sur la compacité du mélange. En introduisant des facteurs de correction de chaque addition solide on trouve :

$$SSS' = \beta_c \alpha_c SS_c + \beta_d \alpha_d SS_d + \beta_a \alpha_a SS_a \quad (5.8)$$

Avec β_c (ciment) β_d (ajout) et β_a (agrégat) des coefficients de correction déterminés par ajustement des résultats d'essai par la méthode des moindres carrées. L'épaisseur du film d'eau effective sera donnée simplement par le rapport du volume d'eau de gâchage sur la surface spécifique effective de la matière solide.

$$EFE' = \frac{V_e}{SSS'} \quad (5.9)$$

5.5.2. Effet du superplastifiant

Lorsque l'eau de gâchage est mélangée avec un superplastifiant, ce dernier crée une répulsion stérique et électrostatique entre les particules solides. Cette répulsion joue le même rôle que l'épaisseur du film d'eau entourant les grains de ciment et attribue un pouvoir de déplacement considérable aux particules solides ce qui conduit à une amélioration du comportement rhéologique de différentes mixtures. De ceci, on peut dire que la couche d'eau adjuvantée couvrant les particules solides est plus efficace et contribue plus favorablement sur les paramètres rhéologiques. Cette efficacité est en fonction du type et du dosage en superplastifiant. Son expression est donnée par :

$$EFE'' = EFE' (1 + k_{sp} SP) \quad (5.10)$$

Avec k_{sp} représente le coefficient d'efficacité du superplastifiant dans cette nouvelle expression de l'épaisseur fictive du film d'eau. SP est le poids du superplastifiant contenu dans la mixture.

5.6. Application du principe de l'épaisseur du film d'eau effective

Afin de mieux visualiser cette approche, le tableau 5.1 présente un exemple d'application sur les résultats d'essais des paramètres rhéologiques d'un mortier contenant différents proportions de fumé de silice. Les colonnes 1 et 2 présentent les taux de fumé de silice et de l'adjuvant organique contenus dans le mortier. Par contre les colonnes 3, 4, 5, et 6 regroupent les proportions pondérales utilisées dans la formulation de chaque mortier. En tenant compte des données de la distribution granulométriques des matières solides et de leurs surfaces spécifiques telles que 4000 cm²/g pour le ciment, 18200 cm²/g pour la fumée de silice et 21 cm²/g pour le sable, on peut déduire la surface spécifique globale du mélange solide décrit sur la colonne 7. Le film d'eau qui entoure ces grains solides est évalué sur la colonne 8 par le rapport de la quantité d'eau de gâchage (colonne 5) sur la surface spécifique des grains solides (colonne 7). En faisant la corrélation entre les valeurs du film d'eau et les seuils de cisaillement trouvés, on obtient les résultats illustrés sur la figure 5.3. Une relation de type logarithmique a été choisie pour exprimer la variation du paramètre rhéologique en fonction du film d'eau, cette relation est exprimée comme suit :

$$\tau = a \ln(EFE) + b \quad (5.11)$$

La corrélation est très faible et son coefficient prend des valeurs inférieures à 0.4. Pour améliorer cette corrélation, on a appliqué la valeur du film d'eau exprimée par la surface spécifique effective et décrite par les équations 5.9 et 5.10 en fonction des valeurs expérimentales des seuils de cisaillement. Par la méthode des moindres carrées, on a obtenu les paramètres de correction β_i des substances solides et k_{sp} décrivant l'efficacité du superplastifiant PC. Les résultats de la nouvelle épaisseur du film d'eau sont récapitulés dans la colonne 9 et leur corrélation avec les valeurs du seuil obtenu est présentée sur la figure 5.4 d'où le coefficient de corrélation augmente de 0.4 vers 0.92. L'équation 5.12 prend la forme en fonction de l'épaisseur du film d'eau effective donnée par :

$$\tau = a \ln(EFE'') + b \quad (5.12)$$

Les coefficients de correction obtenus prennent les valeurs ci-dessous :

$$\beta_c = 0.25$$

$$\beta_d = 0.065$$

$$\beta_a = 1$$

$$k_{sp} = 0.021$$

Tableau 5.1 : Evaluation de l'épaisseur du film d'eau effective selon le seuil de cisaillement pour un mortier à base de fumée de silice et adjuvanté par un polycarboxylate.

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
SF (%)	SP (%)	Ciment (g)	SF (g)	Eau (g)	Sable (g)	SSS' (m ²)	EFE' (μm)	EFE'' (μm)	τ (Pa)
0	0	630	0	350	1890	669690	5,226	5,226	12.59
10	0	567	63	350	1890	681219	5,137	5,137	15.52
20	0	504	126	350	1890	692748	5,052	5,052	18.34
30	0	441	189	350	1890	704277	4,969	4,969	26.31
0	0,2	630	0	350	1890	669690	5,226	5,364	6.41
10	0,2	567	63	350	1890	681219	5,137	5,273	7.5
20	0,2	504	126	350	1890	692748	5,052	5,186	10.95
30	0,2	441	189	350	1890	704277	4,969	5,101	19.5
0	0,4	630	0	350	1890	669690	5,226	5,502	2.32
10	0,4	567	63	350	1890	681219	5,137	5,409	5.16
20	0,4	504	126	350	1890	692748	5,052	5,319	8.82
30	0,4	441	189	350	1890	704277	4,969	5,232	9.55

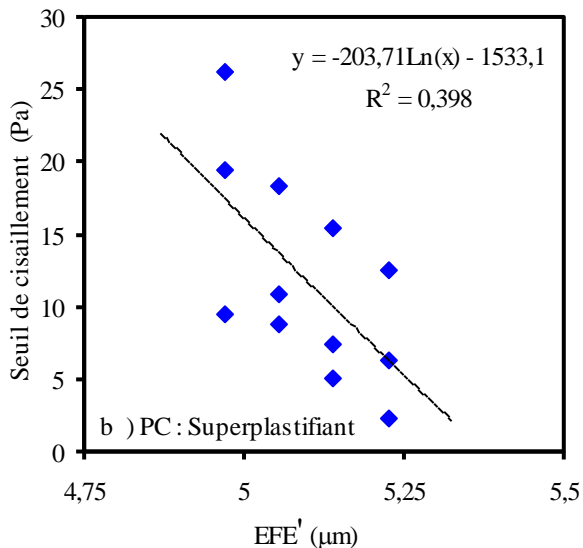


Figure 5.3 : Corrélation entre le seuil de cisaillement et l'épaisseur du film d'eau

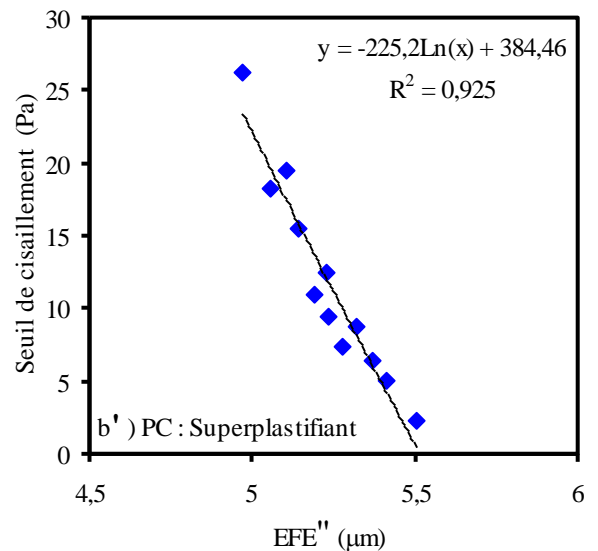


Figure 5.4 : Corrélation entre le seuil de cisaillement et l'épaisseur du film d'eau effective

5.7. Généralisation du principe de l'épaisseur du film d'eau effective

Cette approche a été appliquée pour l'ensemble des mortiers réalisés où les paramètres rhéologiques sont corrélés avec l'épaisseur du film d'eau, en introduisant les coefficients de correction cités ci-dessus. Le tableau 5.2 récapitule les coefficients trouvés et les figures 5.5 à 5.12 illustrent la variation de l'affaissement, le taux de cisaillement et la viscosité en fonction de l'épaisseur du film d'eau effective.

D'après les résultats récapitulés sur le tableau 5.2, la relation présentée de l'épaisseur du film d'eau effective s'avère mieux représenter les résultats rhéologiques des différents mortiers. Les coefficients de corrélation trouvés sont quasiment proches de l'unité à l'exception de ceux du seuil de cisaillement contenant du laitier de hauts fourneaux. Les coefficients représentant les ingrédients du mortier tels que le sable, le ciment et l'addition minérale sont constants ce qui renforce le choix proposé. D'après ces résultats, les coefficients caractérisant le ciment et les différentes additions minérales sont inférieurs à l'unité. Ceci montre leur effet positif à réduire la surface spécifique et à augmenter l'épaisseur du film d'eau effective. En intégrant le concept de la compacité, on peut dire que le mélange binaire et ternaire de la mixture favorise la minimisation des vides interstitiels et la libération de l'eau pour la lubrification des grains. Ces résultats sont en parfaite concordance avec ceux exposés par Fung et Kwan [165] en ajoutant de la fumée de silice au mortier.

Les valeurs négatives trouvées pour le cas du calcaire et du laitier, contribuent efficacement à réduire la surface spécifique dans l'Equation 5.9 en attribuant une épaisseur d'eau plus élevée. Dans le cas de la fumée de silice ce coefficient est très faible, il est conduit par la grande finesse de ce produit, qui s'intercale entre les grains de ciment et libère plus d'eau pour la mixture. Par contre, la pouzzolane naturelle est l'addition la moins efficace concernant les propriétés rhéologiques du mortier. Son coefficient de 0.4 est supérieur à celui du ciment ordinaire ce qui entraîne une baisse d'ouvrabilité en sa présence. Ceci est largement constaté par différents chercheurs [95,147].

Le coefficient k_{sp} décrivant l'efficacité du superplastifiant varie en fonction de l'addition utilisée et témoigne de la compatibilité ressentie lorsque sa valeur est élevée. Ses valeurs les plus élevées sont observés lorsque le mortier est à base de calcaire. Ceci

confirme les résultats obtenus sur l'effet favorable des fillers calcaire sur l'ouvrabilité des mortiers et des bétons [103, 109, 110]. Les valeurs les plus faibles sont mentionnées avec la pouzzolane naturelle et la fumée de silice. Il est évident que ces additions très fines sont absorbantes et ayant des surfaces très actives, rendant ainsi la mixture plus visqueuse [125,70]. De plus, l'effet du type de superplastifiant utilisé est très visible sur les résultats trouvés d'où ceux à base de polycarboxylates sont plus au moins élevées. Le superplastifiant à base de lignosulfonates s'avère mieux s'adapter en présence de la fumée de silice, prenant ainsi un coefficient d'efficacité largement supérieur.

Tableau 5.2 : Résultats obtenus de la corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau effective

Addition	SP	Paramètres rhéologiques	β_c	β_d	β_a	k_{sp}	X= a ln (EFE'')+b		R ²
							a	b	
LP	PC	h	0.25	-0.2	1	10	2.14	3.65	0.959
		τ					-2.32	14.91	0.937
		μ					-0.74	4.62	0.944
	LS	h				2	3.29	1.37	0.973
		τ					-2.57	15.74	0.869
		μ					-0.99	5.07	0.866
BFS	PC	h	0.25	-0.25	1	1	3.25	2.66	0.832
		τ					-4.14	22.19	0.226
		μ					-1.60	-16.01	0.864
	LS	h				1.16	3.10	2.87	0.842
		τ					-3.83	22.89	0.291
		μ					-1.02	5.07	0.790
NP	PC	h	0.25	0.4	1	0.04	66.57	-101.67	0.875
		τ					-197.0	334.01	0.833
		μ					-39.73	69.536	0.864
	LS	h				0.03	72.41	-111.01	0.722
		τ					-107.1	191.17	0.951
		μ					-42.67	74.65	0.947
SF	PC	h	0.25	0.065	1	0.02	152.67	-244	0.915
		τ					-225.2	384.46	0.925
		μ					-64.76	110.58	0.939
	LS	h				0.2	12.71	-12.895	0.884
		τ					-17.23	40.97	0.911
		μ					-5.05	11.75	0.933

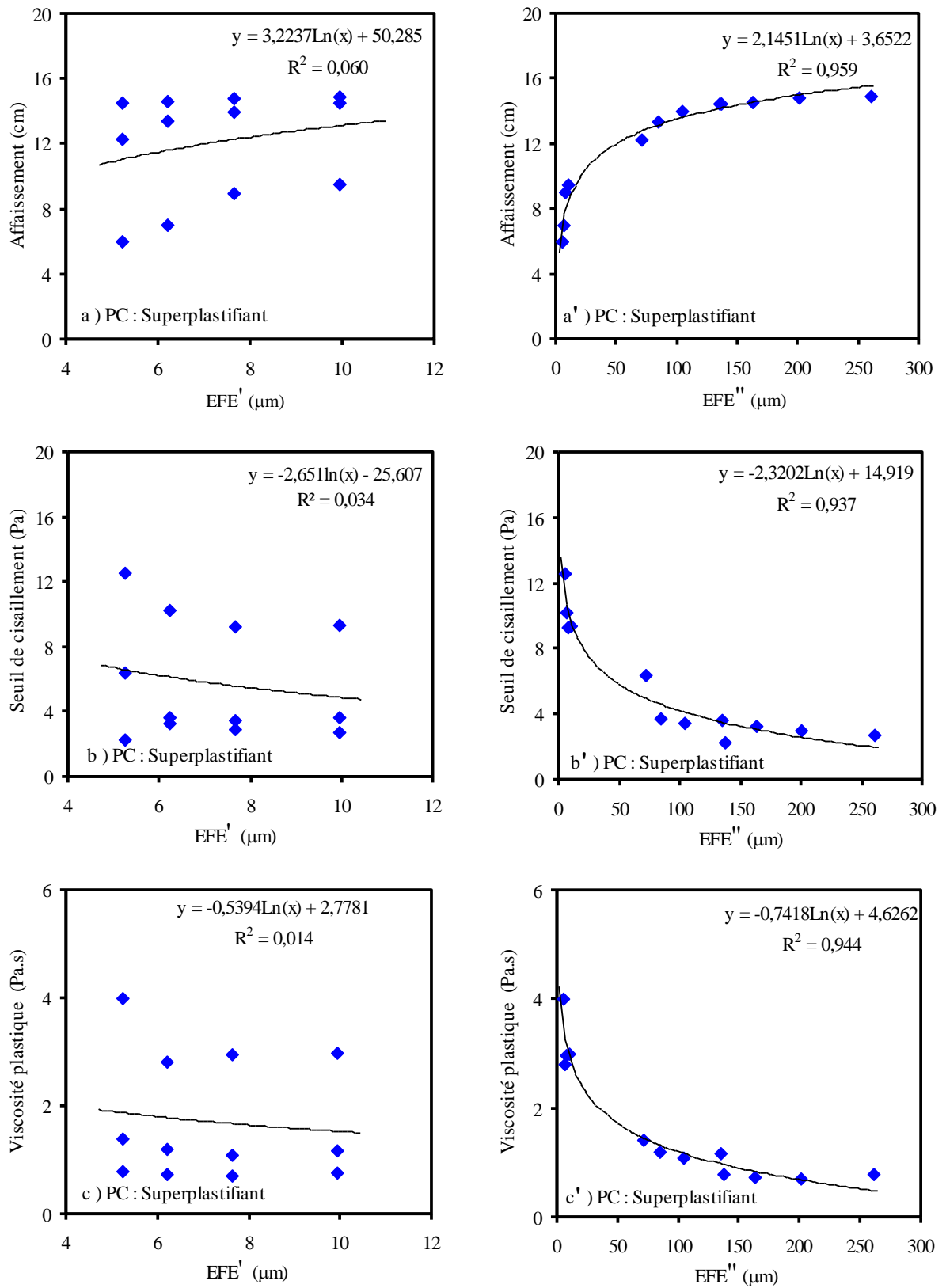


Figure 5.5 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de calcaire et de superplastifiant PC.

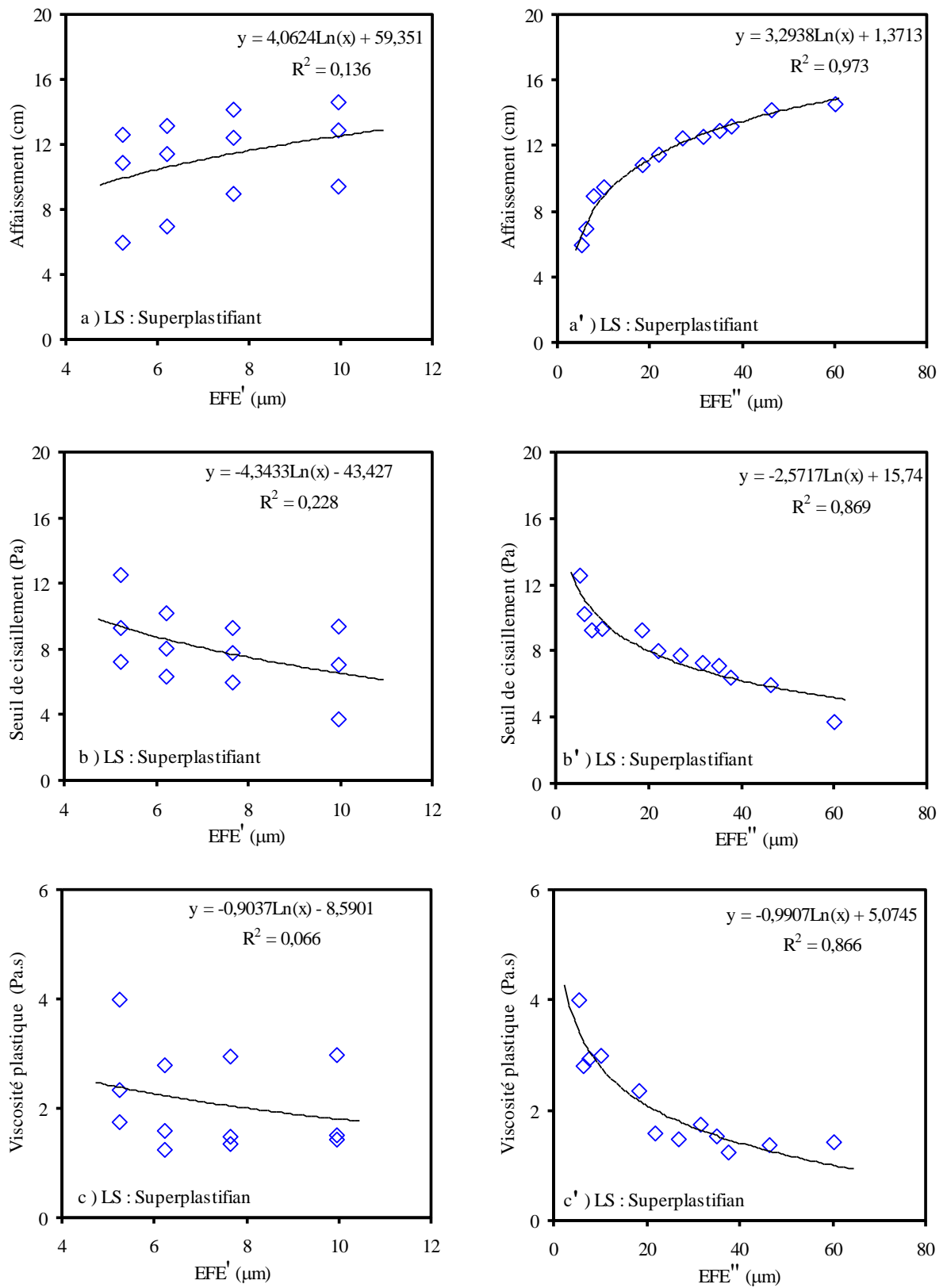


Figure 5.6 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de calcaire et de superplastifiant LS.

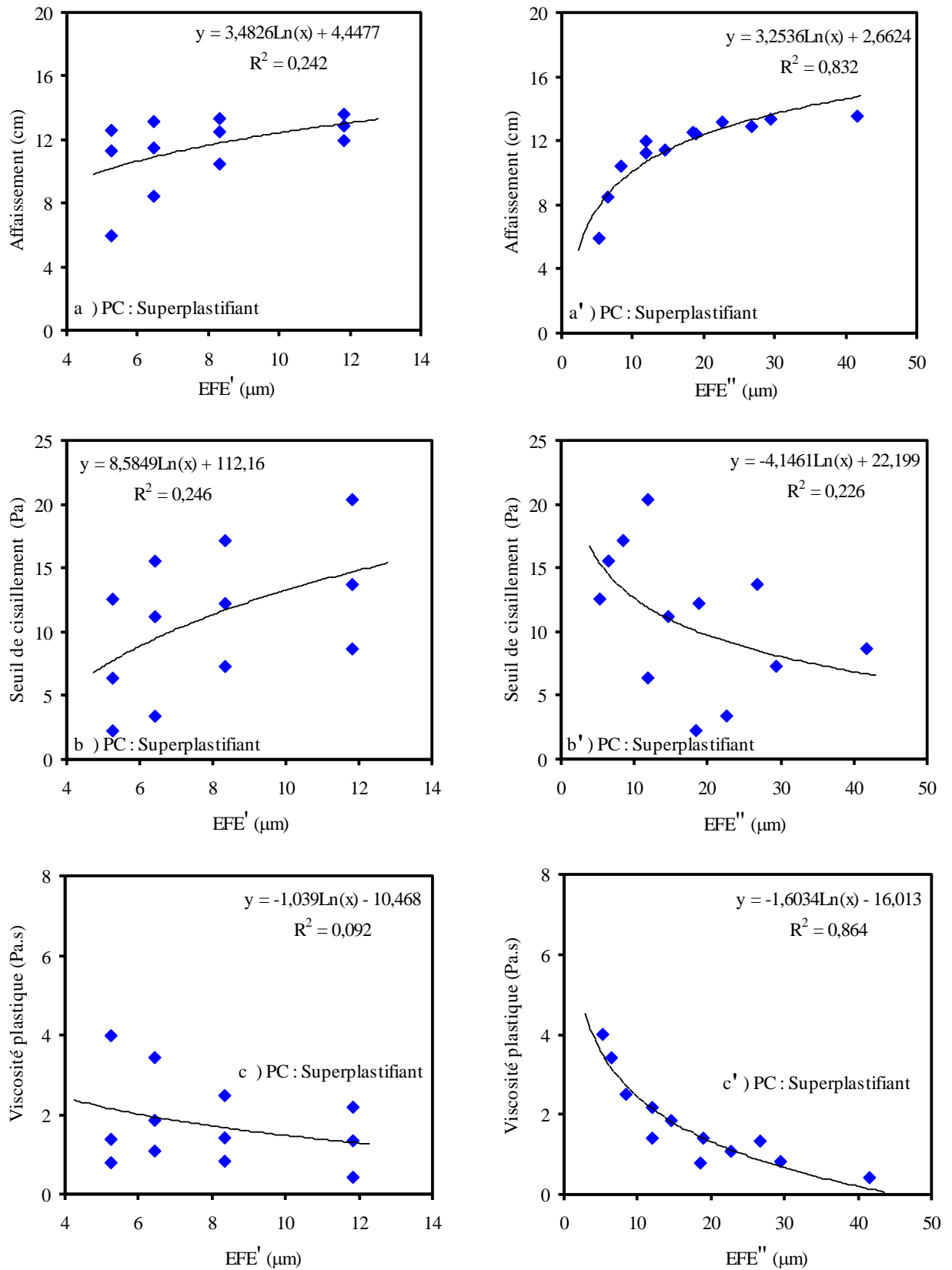


Figure 5.7 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base du laitier et de superplastifiant PC.

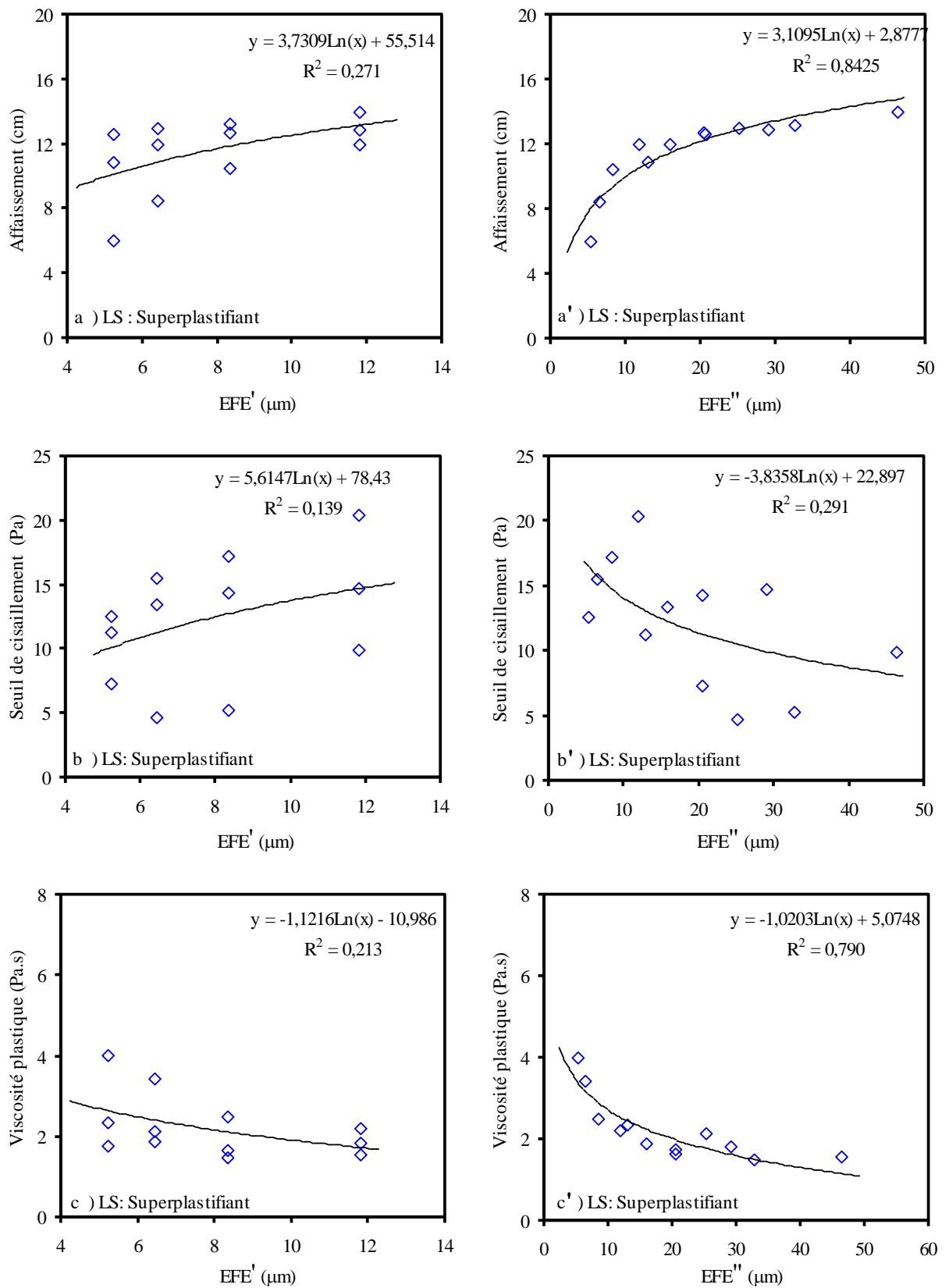


Figure 5.8 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base du laitier et de superplastifiant LS.

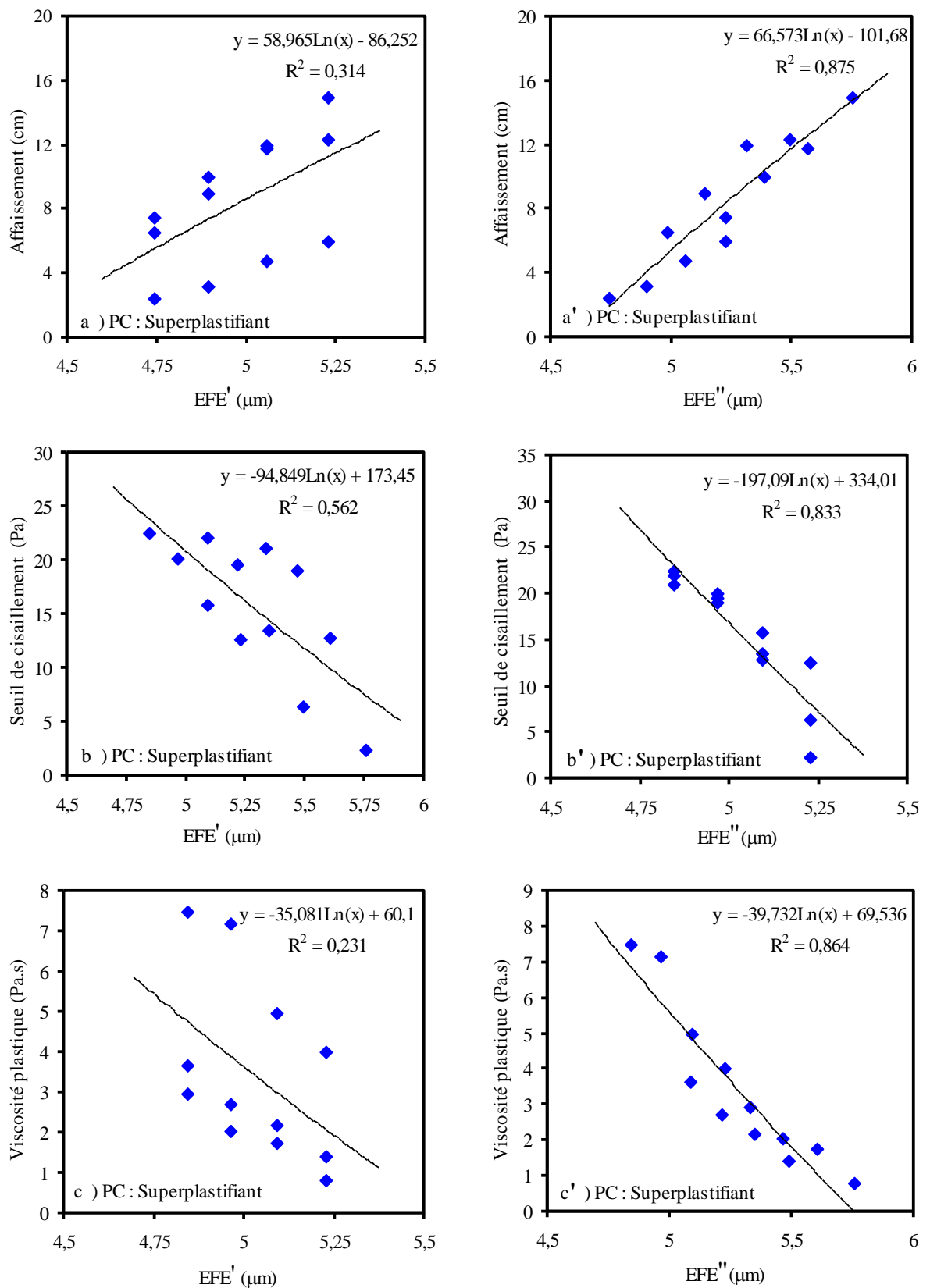


Figure 5.9 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la pouzzolane naturelle et de superplastifiant PC.

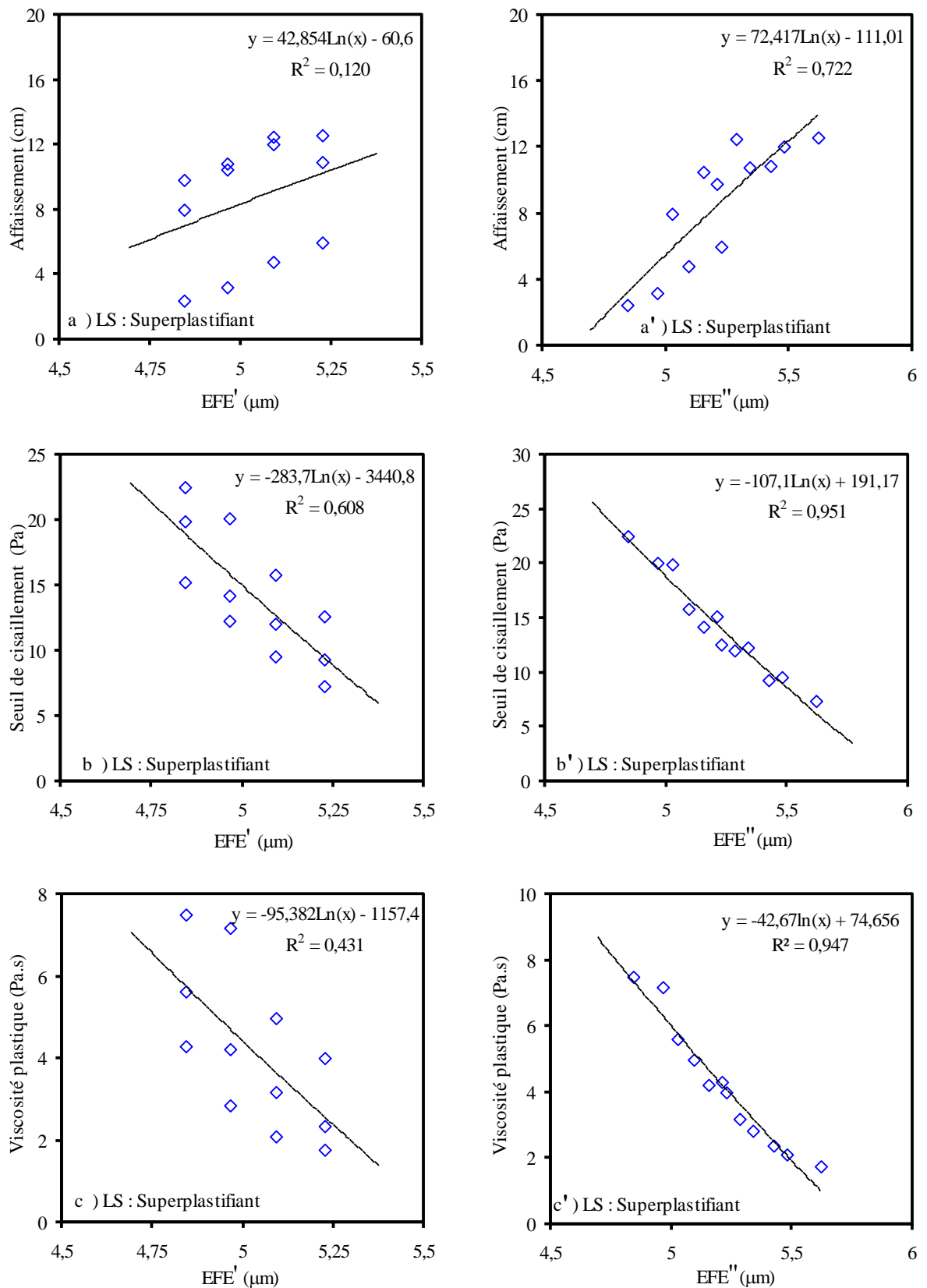


Figure 5.10 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la pouzzolane naturelle et de superplastifiant LS.

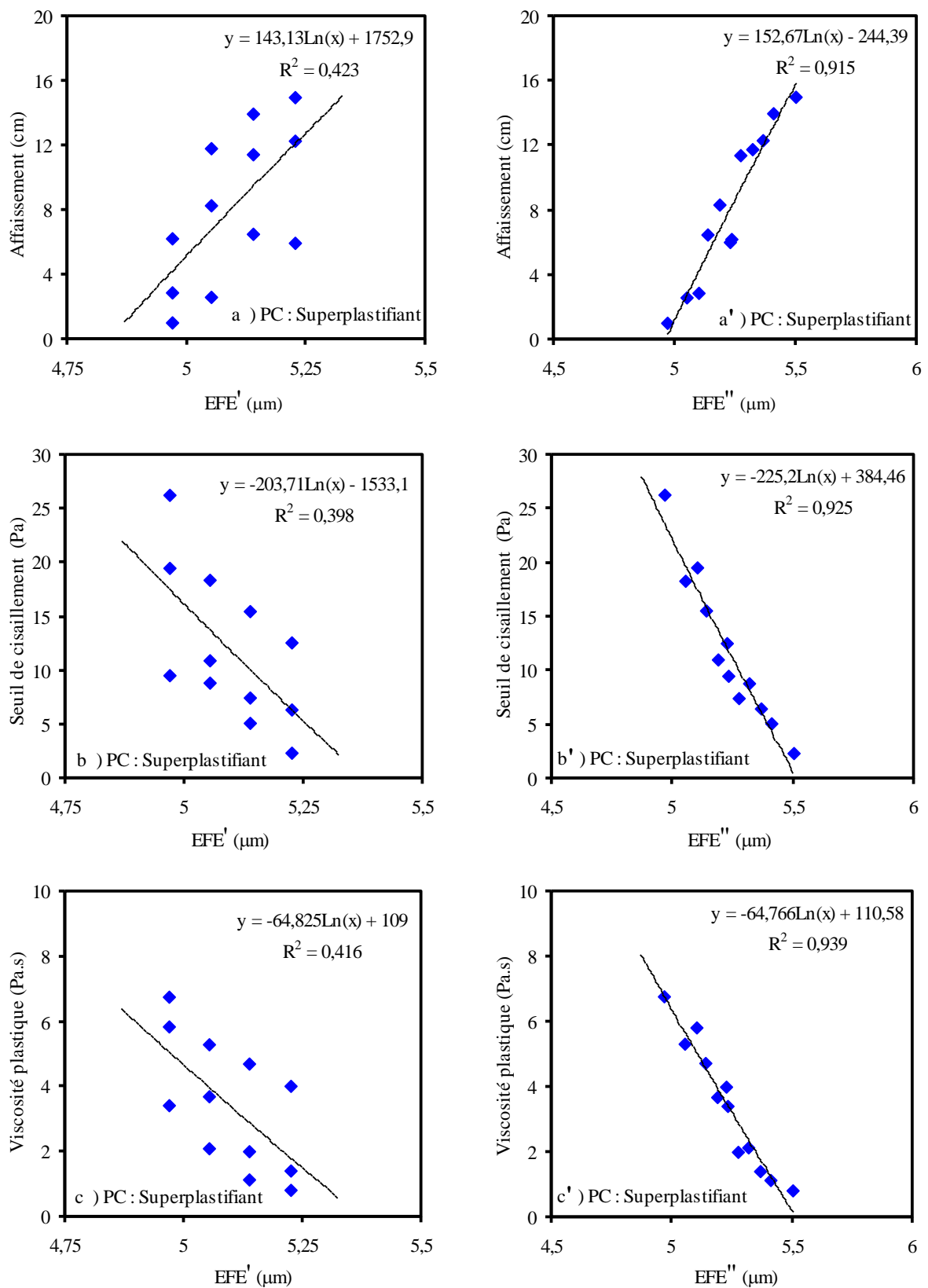


Figure 5.11 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la fumée de silice et de superplastifiant PC.

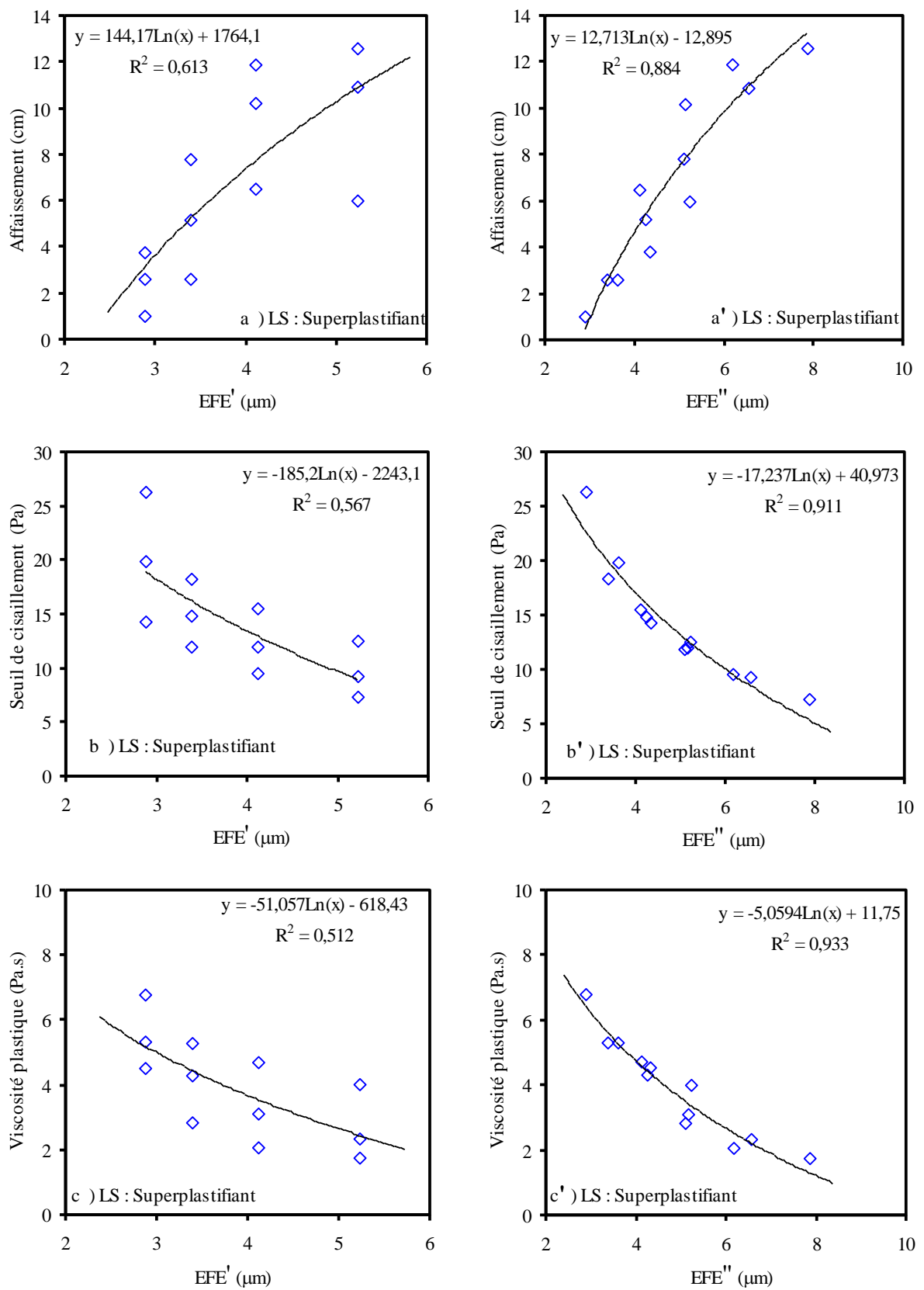


Figure 5.12 : Corrélation entre les paramètres rhéologiques et l'épaisseur du film d'eau théorique et effective d'un mortier à base de la fumée de silice et de superplastifiant LS.

5.8. Discussion des résultats

L'action du superplastifiant dans la pâte de ciment ou dans le béton est due à son pouvoir de dispersion des particules solides agglomérés. En absence de superplastifiant, les particules solides ont tendances à former des agglomérats qui diminuent la compacité du mélange (figure 5.13). Lorsque la matrice cimentaire comporte une substance minérale très fine, cette dernière pénètre entre les interstices des grains de ciment et réduit le volume du vide. La figure 5.14 illustre un vide inter-granulaire remplacé par des grains fins et une libération d'une quantité excédentaire d'eau. Cette eau va s'ajouter à l'eau totale, contribue à lubrifier les grains et exhausser l'épaisseur du film d'eau.

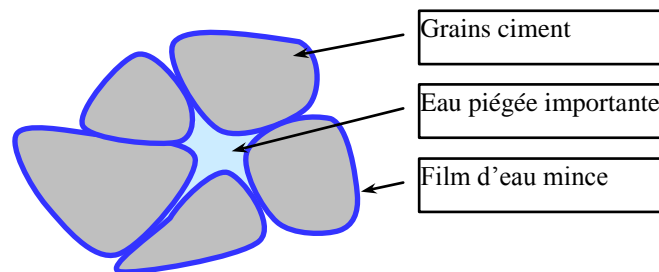


Figure 5.13 : Film d'eau mince dû à la floculation des grains

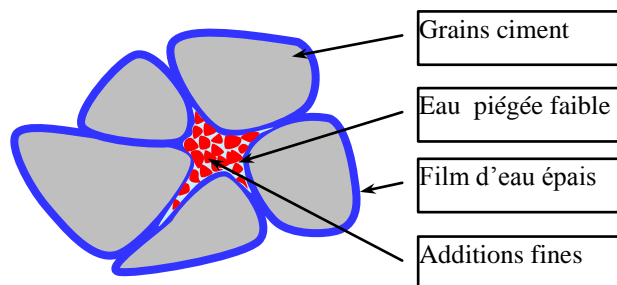


Figure 5.14 : Film d'eau épais dû à une amélioration de la compacité par l'ajout d'une addition fine.

En ajoutant le superplastifiant, les agglomérats se dispersent conduisant à une compacité plus accrue. L'effet de dispersion apporté par le superplastifiant est dû à la répulsion électrostatique créée par des charges similaires sur les grains solides. Le superplastifiant à base de polycarboxylates joue un rôle supplémentaire de répulsion des grains solides par son effet stérique [17]. Cette dispersion des grains solides va améliorer la fluidité du mélange et réduire les taux des agglomérats formés initialement, conduisant ainsi à une meilleure compacité. Elle contribue aussi à amplifier l'espace inter-granulaire

et à favoriser l'accroissement de l'épaisseur du film d'eau. L'épaisseur du film d'eau, présentée sur la figure 5.15, met en évidence l'effet conjugué de l'efficacité du superplastifiant et de l'effet filler des grains.

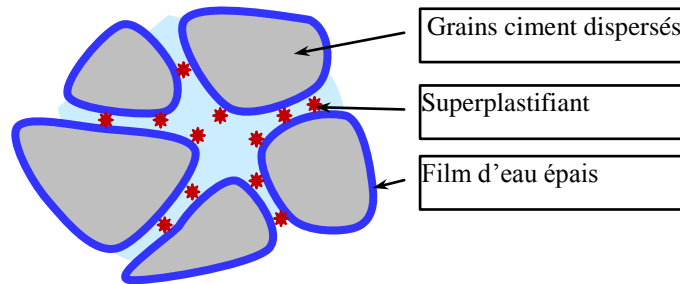


Figure 5.15 : *Film d'eau épais dû à une amélioration de la dispersion par l'ajout d'un superplastifiant.*

En général, le seuil de cisaillement et la viscosité diminuent avec l'augmentation de l'épaisseur du film d'eau. Ceci est très visible sur les résultats présentés en variant le type de superplastifiant ou le type d'addition incorporée. On peut conclure que lorsque la quantité d'eau de gâchage crée une forte épaisseur du film d'eau, le cisaillement induit à la mixture diminue favorisant ainsi son écoulement. Cette épaisseur du film d'eau est dépendante du type de l'addition utilisée. Plus l'addition contient des particules fines, plus son effet sur la rhéologie est conséquent où la meilleure corrélation a été obtenue pour ces additions.

La variation du comportement rhéologique est aussi reliée à la quantité et au type de superplastifiant employé. Son effet de répulsion joue le même rôle que l'épaisseur du film d'eau. Le coefficient d'efficacité introduit dans l'expression 5.10 traduit comment un adjuvant contribue à amplifier l'épaisseur d'eau et sa valeur positive témoigne de sa compatibilité avec le ciment utilisé. Cette compatibilité est similaire pour les superplastifiants en cas du laitier et de la pouzzolane et trouve son écart avec la fumée de silice et le calcaire. Avec ces deux derniers, une attention particulière doit être prise en compte pour choisir un superplastifiant compatible. Sur le même contexte, Kwan et Fung [160] concluaient que le comportement rhéologique est régi par l'épaisseur du film d'eau et par le dosage en superplastifiant. Cependant, pour des dosages élevés, l'épaisseur du film d'eau reste le seul facteur régissant ce comportement. De plus, la compacité du mélange granulaire augmente d'une façon significative lorsqu'elle est adjuvantée par un superplastifiant efficace. Kwan et Fung [160] ont observé que la compacité augmente de 0.662 à 0.707 en ajoutant 1% de polycarboxylate. Cette action est bénéfique pour la

libération de l'eau piégée et l'accroissement de l'épaisseur d'eau. Ceci est clairement constaté sur les Figures 5.5, 5.6, 5.9, 5.10, 5.11 et 5.12 où la loi de régression a donné des coefficients de corrélation très élevés.

5.9. Conclusion

Cette étude a permis de concrétiser l'effet de l'amélioration de la compacité et de l'efficacité des superplastifiants sur l'épaisseur du film d'eau ainsi que sur les paramètres rhéologiques des différents mortiers. Dans la plupart des cas testés, la corrélation est satisfaisante et les coefficients obtenus sont cohérents avec les résultats de la littérature. De nos jours, la rhéologie des matériaux cimentaires est liée et à leurs compositions et à la compacité du mélange obtenue. La détermination de l'épaisseur du film d'eau entourant les grains solides contribue efficacement à expliquer le comportement rhéologique des mélanges cimentaire. Bien que, certaines additions minérales fines modifient la surface spécifique totale et améliorent la compacité, leur effet sur le comportement rhéologique reste limité à cause de leur activité de surface et leur interaction avec le superplastifiant.

Conclusions générales et recommandations

Conclusions Générales

D'après les résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être tirées sur l'influence des additions minérales et les dosages en superplastifiants sur la variation des propriétés rhéologiques des mortiers.

- Le superplastifiant à base de polycarboxylate utilisé semble plus efficace en présence du calcaire et du laitier et perd un peu de son efficacité avec la pouzzolane naturelle.
- L'incorporation de grande quantité de pouzzolane naturelle diminue significativement l'affaissement du mortier et d'autant plus, lorsque le superplastifiant est faiblement introduit. Pour les mortiers contenant du laitier ou du calcaire, la maniabilité est légèrement améliorée au voisinage de 10% du taux de substitution. Sans l'utilisation de superplastifiant, l'efficacité des ajouts est classée telle que BFS > LP > NP > SF. Quand le polycarboxylate est ajouté, LP devient plus efficace et l'efficacité est classée telle que LP > BFS > SF > NP.
- L'effet de la pouzzolane naturelle n'est pas appréciable; le taux de cisaillement du mortier est considérablement augmenté avec l'augmentation du taux de substitution, même pour un mortier adjuvanté. Cependant, les autres ajouts sont plus sensibles à la présence des superplastifiants. Une augmentation du dosage de superplastifiant PC de 0 à 0,4% diminue le seuil de cisaillement de 12,1 à 2,3 Pa pour le mortier témoin. Cette baisse est d'environ 1,46, 11,7 et 6,6% pour les mortiers contenant respectivement 30% de NP, BSF et LP.
- La viscosité varie sensiblement avec chaque addition minérale et dépend de ses propriétés et de son interaction avec le superplastifiant et les grains du ciment. La viscosité des mortiers augmente avec la présence de la pouzzolane naturelle par contre le laitier et le calcaire entraînent une légère diminution même sans superplastifiant. De plus, l'effet du laitier est le plus important lorsque son taux de substitution atteint 20%.

- Une relation mathématique est proposée pour exprimer la variation de chaque paramètre rhéologique selon le taux de substitution des additions minérales et les dosages de superplastifiant. Cette relation est exprimée par le produit des trois paramètres: celui de l'addition minérale, celui du superplastifiant et celui de leur interaction. Le coefficient de corrélation est proche de l'unité ce qui justifie la convenance du modèle choisi.
- L'application de cette nouvelle relation sur d'autres résultats, trouvés par d'autres chercheurs, donne une grande satisfaction où la corrélation des données est satisfaisante et offre des coefficients de corrélation très élevés, allant de 0,9 à 0,98.
- La quantification de l'épaisseur du film d'eau dans les différentes mixtures a permis de confirmer une forte corrélation avec les paramètres rhéologiques à l'exception où le laitier de hauts fourneaux est utilisé.
- La relation entre l'épaisseur du film d'eau et les paramètres rhéologiques a nécessité l'introduction de certains coefficients de correction justifiant la contribution de l'addition dans la compacité du mélange et l'efficacité de l'absorption du superplastifiant. Les valeurs négatives trouvées pour le cas du calcaire et du laitier témoignent de leur efficacité à réduire la surface spécifique dans l'Equation 5.9 et en attribuant une épaisseur d'eau plus élevée.
- Par contre, la présence de la fumée de silice se caractérise par un coefficient d'ajustement est très faible, il est conduit par la grande finesse de ce produit qui s'intercale entre les grains de ciment et libère plus d'eau pour la mixture. La pouzzolane naturelle est l'addition la moins efficace concernant les propriétés rhéologiques du mortier. Son coefficient de 0.4 est supérieur à celui du ciment ordinaire ce qui entraîne une baisse d'ouvrabilité en sa présence.
- Le coefficient k_{sp} décrivant l'efficacité du superplastifiant varie en fonction de l'addition utilisée et témoigne de la compatibilité ressentie lorsque sa valeur est élevée. Ses valeurs les plus élevées sont observées lorsque le mortier est à base de calcaire. Les valeurs les plus faibles sont mentionnées avec la pouzzolane naturelle

et la fumée de silice. Il est évident que ces additions très fines sont absorbantes et ayant des surfaces très actives, rendant ainsi la mixture plus visqueuse.

- l'effet du type de superplastifiant utilisé est très visible sur les résultats trouvés d'où ceux à base de polycarboxylates sont plus au moins élevées. Le superplastifiant à base de lignosulfonates s'avère mieux s'adapter en présence de la fumée de silice, prenant ainsi un coefficient d'efficacité largement supérieur.

En achevant ce travail, il sera souhaitable de poursuivre les recherches du comportement rhéologique du mortier et du béton en intégrant l'effet de la compacité, de l'activité de surface des grains solides et de l'efficacité des superplastifiants. D'autres travaux expérimentaux seront utiles pour la généralisation des équations 4.1 et 5.10 avec la comparaison avec d'autres résultats obtenus par d'autres chercheurs. La détermination des paramètres rhéologiques doit viser à tester la convenance du mortier et du béton pour son application au pompage ou en tant que béton autoplaçant. La généralisation de ce modèle vers ce volet de recherche doit occuper une partie de nos futurs travaux afin que nos résultats trouvent une application pratique.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

1. Courrazé G., Grossiord JL., " *Initiation à la rhéologie* ", Tec& Doc, (2000).
2. Nguyen HM., " *Comportement rhéologique des suspensions concentrées* " Memoire DEA, INSA Rennes, 1996, 82p.
3. Poitou A and Racineux G. " *A squeezing experiment showing binder migration in concentrated suspension*", J. Rheol, 2001; 45: 609.
4. De larrard F., Belloc A., " *L'influence du granulat sur la résistance à la compression des bétons*", Bulletin des laboratoires des Ponts et Chaussées – 219 – janvier – février 1999 – REF, 4246 – PP.41-52.
5. Coussot P., Grossiord J., " *Comprendre la rhéologie, de la circulation du sang à la prise du béton*", EDP Science, 2002.
6. Couarrazé G., Grossiord JL., " *Initiation à la rhéologie* ", Lavoisier. 1983.
7. Ferraris CF., " *Measurement of the Rheological Properties of High Performance Concrete: State of the Art Report*", J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol, vol. 104 (5), 1999, pp. 461-478.
8. Nehdi M., Rahmam M-A., " *Estimating rheological properties of cement paste using various rheological models for different test geometry, gap and surface friction*", Cement and concrete research, vol. 34, 2004, pp. 1993-2007.
9. Amziane S., " *Contribution à l'étude des matériaux cimentaires à l'état frais*", pour l'obtention de l'Habilitation à Diriger des Recherches en Sciences 2005 Université de Bretagne sud, 2005.
10. Hu C., de Larrard F., " *The rheology of fresh high performance concrete*", Cement and concrete research, vol. 26, 1996, pp. 283-294.
11. Golaszewski JG., Szwabowski J., " *Influence of superplasticizers on rheological behaviour of fresh cement mortars*", Cement and concrete research, vol. 34, 2004, pp. 235-248.
12. Tattersall GH and Bloomer SJ., " *Further development of the two-point test for workability and extension of its range*", Magazine of Concrete Research, vol. 31, 1979, pp. 202-210.
13. Beaupré D., " *Rheology of High Performance Shotcrete*", PhD thesis, University of British Columbia, Canada; 1994, 265p.
14. Wallevik OH., " *Rheology - a scientific approach to develop self-compacting concrete*", In Proceedings of international RILEM Symposium on Self- Compacting Concrete, Reykjavik, Islande, vol. 33, 2003, pp. 23-32.
15. Coussot P., " *Rhéologie des boues et laves torrentielles - Etudes de dispersions et suspensions concentrées*", Thèse de doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, et Etudes du Cemagref, 1993. 182p.

16. Hu C., De Larrard F., Sedran T., Boulay C., Bosc F., Defiorene F., "*Validation of btrheom, the new rheometer for soft-to-fluid concrete*", Materials and Structures, vol. 29,1996,pp.620-631.
17. Beaupré D., Chapdelaine F., Domone P., Koehler E., Sheand L., and Sonebi M., "*Comparison of concrete rheometers*": international tests at MB In: Ferraris CF, Brower LE, editors. NISTIR 7154, National Institute of Standards and Technology, USA, 2004.
18. Hafid H., "*Influence des paramètres morphologiques des granulats sur le comportement rhéologique des bétons frais*", Thèse de doctorat de l'Université Paris paris-est, 2012.162p.
19. Tattersall GH., "*Workability and quality control of concrete*" , London, E & FNSPON, 1991,262 p.
20. Domone P., Xu Y.and Banfill P., "*Developments of the Two-Point Workability Test for High-Performance Concrete*",Magazine of Concrete Research vol. 51,1999,pp. 181-190.
21. Beaupré D., Mindess S.,"*Rheology of Fresh Concrete*": Principles, Measurements, and Applications, Materials Science of Concrete V, Ed. by J. Skalny and S. Mindess, Acers, 1998,149-190.
22. Asakura E., Yoshida H., Nakae H., "*Influence of superplasticizer on fluidity of fresh cement paste with different clinker phase composition*", Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cements, New Delhi IV; 1992, pp.570-576.
23. Zhang X., Han J., "*The effect of ultra-fine admixture on the rheological property of cement paste*", Cement and concrete research, vol. 30(5),:2000,pp. 827–30.
24. Aiad I., "*Influence of time addition of superplasticizers on the rheological properties of fresh cement pastes*", Cement and concrete research, vol. 33,2003,pp. 1229 – 1234.
25. Bjömström j et Chandra S., "*Effect of superplasticizers on the rheological properties of cements*", Materials and Structures / Matériaux et Constructions, vol. 36, 2003, pp.685-692.
26. Smgh NB et Singh SP. *Journal of Scientific and Industrial Research*, vol. 52, 1993, pp. 661-675.
27. Griesser A., "*Cement-superplasticizer interactions at ambient temperatures: rehology, phase composition, pore water and heat of hedration of cimentitiouse systemes*", Thèse de doctorat de l'Institut de Technologie Fédéral, Suisse; 2002, 147p.
28. Coussot P., Ancey C., "*Rhéophysique des pâtes et des suspensions*", EDP, Sciences (1999).
29. Atzeni C., Massidda L., Sanna U., "*Comparison between rheological models for Portland cement pastes*",Cement and concrete research, vol. 15,1985,pp.511-519.
30. Dodson VH., Hayden TD., "*Another Look at the Portland Cement, Chémical Admixture Incompatibility Problèm*", Cement and concrete research, vol. 11(1),1989, pp. 52-56.
31. Soualhi H., "*Optimisation de la viscosité des bétons à faible impact environnemental*" Thèse de doctorat, université de Cergy Pontoise, 2014,166 p.

- 32 Anderson PJ., Roy DM., Gaidis, JM., *"The effect of adsorption of superplastifiant on the surface of cement"*, Cement and concrete research, vol. 17,1987, pp. 805-113.
- 33 Ramachandran VS., Malhotra V.M., Jolicoeur C., Spiratos N., *"Superplasticizer properties and applications in concrete"*, CANMET, Ottawa, Canada, 1998.pp.
- 34 http://www.dailymotion.com/video/x6s8ia_les-superplastifiants-la-magie-du-b_tech
- 35 Yoshika K., Tazawa E., Kawai K., Enhota T., *"Adsorption characteristics of superplasticizers on cement components minirals"*, Cement and concrete research, vol. 32,2002, pp.1507-1513.
- 36 Nawa T., Eguchi H., *"Effect of cement characteristics on the fluidity of cement paste containing an organic admixture"*, Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cements, vol. 4, 1992, pp.597-603.
- 37 Blank B., Rossington D.R., Weinland JR, L.A., *"Adsorption of admixtures on portland cement"*, Journal of the American Ceramic Society, vol. 46, 1963, pp. 395-399.
- 38 François P., *"Adsorption de polycarboxylates et de lignosulfonates sur poudre modèle et ciment"*, Thèse de doctorat à l'Ecole Polytechnique Fédérale de Lauzanne , 2004, 320p.
- 39 Uchikawa H., Hanehara S., Shirasaka T., Sawaki D., *"Effect of admixture on hydration of cement,adsorptive behaviour of admixture and fluidity and setting of fresh cement paste"*, Cement and concrete research, vol. 22,1992, pp. 1115-1129.
- 40 Boragafio JR., Macias A., *"Rheological properties of cement pastes containing different organic dispersants "*, Proceedings of the 9th International Congress on the Chemistry of Cements, New Delhi IV, 1992, pp.557-563.
- 41 Hattori K., "Concrete journal", Japan, vol. 14 (3),1976, pp.12-19.
- 42 Daimon M., Roy DM., *"Rheological properties of cement mixes: methods preliminary experiments and adsorption studies"*, Cement and concrete research, vol. 8, 1978, pp. 753-764.
- 43 Otis N., *"Influence de divers superplastifiants sur le ressuage et l'interface pâte/granulat dans les matériaux cimentaires"*, Faculté des Sciences Université de Sherbrouke, Québec, Canada, 2000, 112p.
- 44 Collepari M., Corradi M., Valente M., *"Influence of polymerization of sulfonated naphthalene condensate and its interaction with cement"*, In 2nd CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete,Ottawa, 1981, SP-68, pp 485-498.
- 45 Chong-, Z.L, Nai, Q.F., Yong, D.L, Rong, J.C., *"Effects of polyethylene oxide chains on the performance of polycarboxylate-type water-reducers "*, Cement and concrete research, vol. 35, 2005, pp. 867-873.
- 46 Neubauer CM., Yang M., Jennings HM., *"Interparticle potential and sedimentation Behavior of cement suspension: Effects of admixture"*, Advanced Cement Based Materials, vol. 8(1), 1998, pp. 17-27.
- 47 Banfill PFG., *"A discussion of the papers. Rheological properties of cementmixes"*, by Daimon, and Roy, Cement and concrete research, vol. 9(6), 1979, pp. 795-6.

- 48 Uchikawa H., Hanehara H., Sawaki D., "*The role of steric repulsive force in the dispersion of cement particules in fresh paste prepared with organic admixture*", Cement and concrete research, vol. 27(1), 1997, pp. 37-50.
- 49 Baussant JB., "*Nouvelle méthode de la formation d'hydrates des ciments- Application à l'analyse de l'effet d'adjuvants organiques*", Thèse de Doctorat, Université Franche-Comité, France ; 1990, n 156, 194p.
- 50 Jolicoeur C., Nkinamubanzi P.C., Simard M.A., Pottie M., "*Progress in understanding the functional properties of superplasticizer in fresh concrete*", In 4th CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete, Montreal, 1994, SP 148-4, pp 63-88.
- 51 Fernon V., "*Étude de nouveaux solides lamellaire obtenus par corécipitation d'hydrate aluminocalcique et de sulfonate aromatique*", Thèse de Doctorat, Université d'Orléans, France, 1994, 233p.
- 52 Leroux F., Gachon J., and Besse JP., "*Biopolymer immobilization during the crystalline growth of layered double hydroxide*", Journal of Solid State Chemistry vol. 177(1), 2004, pp. 245-250.
- 53 Plank J., Dai Z., Andres P.R., "*Preparation and characterization of new Ca-Alpolycarboxylate layered double hydroxides*", Mater Lett, vol. 60(29-30), 2006, pp. 3614-17.
- 54 Henning O., Goretzki I., "*Effect of plasticizers on the degree of hydration*", RILEM Int.Conf. Concrete at Early age, Assn.Amicales des ingénieur, Paris, 1982, 151-155p.
- 55 Kim BJ., "*The adsorption behavior of PNS superplasticizer and its relation to fluidity of cement paste*", Cement and concrete research, vol. 30, 2000, pp. 887-93.
- 56 Anderson PJ., Roy DM., "*The effect of superplasticizer molecular weight on its adsorption on, and dispersion of cement*", Cement and concrete research, vol. 18, 1988, pp. 980-6.
- 57 Page M., Moldovan A., Spiratos N., "*Performance of novel naphtalene-based copolymer as superplasticizer for concrete, in Superplasticizers and other chemical admixtures in concrete*", Proceedings Sixth International Conference CANMET. 2000. Nice, France: ACI International.
- 58 Bonen D., Sarkar SL., "*The superplasticizer adsorption capacity of cement pastes, pore solution composition, and parameters affecting flow loss*", Cement and concrete research, vol. 25(7), 1995, pp. 1423-34.
- 59 Young JF. "*A Review of the mechanism of set-retardation in Portland cement pastes containing organic admixtures*", Cement and concrete research, vol. 2, 1972, pp. 415-33.
- 60 Hekal EE and Kishar EA., "*Effect of sodium salt of naphtalene-formaldehyde polycondensate on ettringite formation*". Cement and concrete research, vol. 29, 1999, pp.1535-40.
- 61 Afridi MUK., Chaudhary ZU., Demura K., Iqbal MZ., "*Effects of polymer modification on the formation of high sulfoaluminate or ettringite-type AFt crystals in polymer-modified mortars*". Cement and concrete research, vol 24(8), 1994, pp.1492-94.

- 62 Sakai E., Raina K. Asaga K., Goto S., Kondo R., "*Influence of sodium aromatic sulphonates in the hydration of tricalcium aluminate with or without gypsum*", Cement and concrete research, vol. 10(3), 1980, pp. 311-19.
- 63 Simard MA., Nkinamubanzi PC., Jolicoeur C., Perraton D., Aïtcin PC., "*Calorimetry, Rheology and Compressive strength of Superplasticized Cement Pastes*", Cement and concrete research, 1993 ;23 :939-50.
- 64 Odler I. and Becker T., "*Effect of some liquifying agents on properties and hydration of Portland cement and tricalcium silicate pastes*", Cement and concrete research, vol. 10(3), 1980, pp. 321-31.
- 65 Collepari M., Manosi M., Mariconi G., "*Combined effect of lignosulfonate and carbonate on pure Portland clinker compounds hydration*", Cement and concrete research, vol. 10 (3), 1980, pp. 455-62.
- 66 Fernon V., "*Interaction between portland cement hydrates and polynaphthalene sulfonates*", In 5th CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete, Rome, 1997, pp 225-248.
- 67 Chiocchio G and Paoilini AE., "*Optimum time for adding superplasticizers to portland cement pastes*", Cement and concrete research, vol. 15, 1985, pp. 901-8.
- 68 Yen T., Tang CW., Chang CS., Chen KH., "*Flow behaviour of high strength high-performance concrete*", Cement and concrete composites, vol. 21, 1999, pp. 413-24.
- 69 **ADJOUDJ M.**, EZZIANE K., KADRI EH., "*Effet de l'élévation de la température sur l'efficacité d'un superplastifiant à base de naphthalène sulphonate en présence d'un ciment composé*", Revue « Nature & technologie », A-Sciences fondamentales et Engineering, n°08/janvier 2013. P 35-40
- 70 Aïtcin PC., "*Les Superplastifiants : des Réducteurs d'eau pas comme les autres*", Recueil de conférences présentées à l'Université de Sherbrooke, 1990.
- 71 Flatt RJ., Houst YF., "*A simplified view on chemical effects perturbing the action of superplasticizer*", Cement and concrete research, vol. 31, 2001, pp. 1169-76.
- 72 Sugamata T., Hibino M., Ouchi M., Okamura H., "*A study of particle dispersion effect of polycarboxylate-based superplasticizers*", Transactions of the Japan Concrete Institute, vol. 21, 1999, pp. 7-14.
- 73 Shindoh T and Matsuoka YH., "*Developement of combinaison type self compacting concrete and Evaluation test methodes*", Journal of Advanced Concrete Technology, vol. 1(1), 2003, pp. 26-36.
- 74 Hu C., "*Rhéologie des bétons fluides*", Thèse de doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, Etudes et Recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Paris, France OA16, 1995, 203 p.
- 75 Malhotra VM. and Malanka D., "*Performance of Superplasticizers in Concrete*", Laboratory Investigations—Part I. Intern. Symp. Superplasticizers in Concrete, Ottawa, Canada. 1978; II: 673-707.
- 76 Lessard M., "*Using superplasticizers in high performance concretes*", Proceedings conference, Sherbrooke, Canada, 1990, pp 65-83.
- 77 Falikman VR., Sorokin YV., Vainer AY., bashlykov NF., "*New high performance polycarboxylate superplasticizers based on derivative copolymers of maleinic acid*",

- Proceedings of the International Conference on Admixtures-enhancing, Concrete performances, p. 41-46, Skotl and, U.K., 6 july 2005.
- 78 Uchikawa H., "*Importance of recent microstructural developments in cements and concrete*", Conference in tribute to Regourd, M.M., Sherbrooke, Canada, Concrete Canada 1994, 63p.
- 79 Lachemi M., Hossain KMA., Lambros V., Nkinamubanzi PC., Bouzoubaâ N., "*Performance of new viscosity modifying admixtures in enhancing the rheological properties of cement paste*", Cement and concrete research, vol. 34(2), 2004, pp.185-193.
- 80 Khayat KH., "*Viscosity-enhancing admixtures for cement-based materials - An overview*", Cement and concrete composites, vol. 20(2-3), 1998, pp. 171-188.
- 81 Park CK., Noh MH., Park TH., "*Rheological properties of cementitious materials containing mineral admixtures*". Cement and concrete research, vol. 35, 2005, pp.842-49.
- 82 Husson S., "*Etude physico-chimique et mécanique des interactions ciment-fillers*", Application aux mortiers, thèse de Doctorat, ENSM Saint-Etienne et INP Grenoble, mars 1991, 166p.
- 83 Chloup-Bondant M., "*Etude des mécanismes réactionnels dans l'hydratation des silicates et aluminates tricalciques en présence d'un filler calcaire*", Thèse de Doctorat, Université de Henri Poincaré, Nancy I, Jan 1996, 156p.
- 84 Heikal M., El-Didamony H., Morsy MS., "*Limestone-filled pozzolanic cement*" Cement and concrete research, vol. 30, 2000, pp.1827-1834.
- 85 Zhu W., Gibbs JC. "*Use of different limestone and chalk powders in self-compacting concrete*", Cement and concrete research, vol. 35(8), 2005, pp. 1457-62.
- 86 ACI Committee 233, "*Ground granulated blast-furnace slag as a cementitious constituent in concrete*", Manual of concrete practice, ACI 233R-95, 17p.
- 87 Mehta PK., "*Pouzzolanes naturelles*, dans, *Matériaux complémentaires en cimentation*", Editeur V.M. Malhotra, 1987. pp.3-38.
- 88 ACI Committee 234, "*Guide for the use of silica fume in concrete*, Manual of concrete practice", ACI 234R-96, 51p.
- 89 Sellevold EJ., Nilsen T., "*Les fumées de silice condensées dans la fabrication du béton: une étude mondiale*, dans, *Matériaux supplémentaires en cimenterie*", CANMET, 1987, pp.183-273.
- 90 Berry EE., "*Utilisation des cendres volantes dans la préparation du béton*, dans, *Matériaux complémentaires en cimentation*", Editeur V.M. Malhotra, 1987, pp.39-181.
- 91 ACI Committee 232. "*Use of fly ash in concrete*, Manual of concrete practice", ACI 232.2R-96, 33p.
- 92 Malhotra VM., "*Role of supplementary cementing materials in reducing greenhouse gaz emissions*", 8th CANMET/ACI International conference on recent advances in concrete technology, Montreal June 2006, 18p.

- 93 Escalante-Garcia JI., Sharp JH., "*The chemical composition and microstructure of hydration products in blended cements*", Cement and concrete composites, vol. 26, 2004, pp. 967-76.
- 94 Najimia M., Sobhani J., Ahmadi B., Shekarchi M., "*An experimental study on durability properties of concrete containing zeolite as a highly reactive natural pozzolan*", Construction and building materials, vol. 35, 2012, pp. 1023-33.
- 95 Şahmaran M., Özkan N., Keskin SB., Uzal B., Yaman İÖ., Erdem TK., "*Evaluation of natural zeolite as a viscosity-modifying agent for cement-based grouts*", Cement and concrete research, vol. 38(7), 2008, pp. 930-7.
- 96 Ahmadi B., Shekarchi M., "*Use of natural zeolite as a supplementary cementitious material*", Cement and concrete composites, vol. 32(2), 2010, pp. 134-41.
- 97 Boudchicha A. "*Utilisation des additions minérales et des adjuvants fluidifiants pour l'amélioration des propriétés rhéologiques et mécaniques des bétons*" Thèse de doctorat de l'université de mentouri Constantine, 2007, 294 P.
- 98 Lange F., Mortel N., Rudert V., "*Dense packing of cement pastes and resulting consequences on mortar properties*", Cement and concrete research, vol. 27, 1997, pp. 1481-88.
- 99 Ramachandran VS., Mortel N., Rudert V., "*Concrete admixtures*", Handbook, Properties, Science and Technology, Noyes Publication, Park Ridge, NJ, 1995.
- 100 Felekoglu B., Tosun K., Baradan B., Altun A., Uyulgan B., "*The effect of fly ash and Limestone fillers on the viscosity and compressive strength of self compacting repair mortars*", Cement and concrete research, vol 36, 2006, pp. 1719-26.
- 101 Duval R., Kadri EH., "*Influence of Silica Fume on the Workability and the Compressive Strength of High-Performance Concretes*". Cement and concrete research, vol 28(4), 1998, pp. 533-47.
- 102 Buil M., Witier P., de Larrard F., Detrez M., Paillere AM., "*Physicochemical mechanism of the action of the naphthalene sulfonate based superplasticizer on silica fume concretes*" Proceedings of the Second International Conference on Fly ash, Silica fume, Slag and Natural Pozzolans in Concrete, Madrid, ACI, SP91-46, vol 2, 1986, pp. 959-971.
- 103 Yahia A., Tanimura M., Shimoyama Y., "*Reological properties of highly flowable mortar containing limestone filler-effect of powder content and w/c ratio*", Cement and concrete research, vol 35, 2005, pp. 532-9.
- 104 Bonavetti V., Donza H., Rahhal V., Irassar E., "*Influence of initial curing on the properties of concrete containing limestone blended cement*", Cement and concrete research, vol 30, 2000, pp. 703-8.
- 105 Menendez G., Bonavetti V., Irassar EF., "*Strength development of ternary blended cement with limestone filler and blast-furnace slag*", Cement and concrete composites, vol 25, 2001, pp. 61-7.
- 106 Michel F., Pierard J., Courard L., Pollet V., "*Influence of physic-chemical characteristics of limestone fillers on fresh and hardened mortar*" performances, Proceedings of 5th International RILEM Symposium on SCC, p205-210, 3-5 September 2007, Ghent, Belgium.

- 107 Billberg P., "*Fine mortar rheology in mix design of SCC*". Proceedings of 1st International RILEM Symposium on SCC, p47-58, 13-14 September 1999, Stockholm, Sweden.
- 108 Nehdi M., Mindess S., "*Optimization of high strength limestone filler cement mortars*". Cement and concrete research, vol 26(6), 1996, pp.883-93.
- 109 Esping O., "*Effect of limestone filler BET (H₂O)-area on the fresh and hardened properties of self-compacting concrete*", Cement and concrete research, vol 38, 2008, pp. 938-44.
- 110 El Hilali A., "*Experimental study of the rheological behavior and self-compacting concrete (SCC): Influence of limestone and fine plant fibers*". MSc thesis. France: University of Cergy Pontoise; 2009, p.183.
- 111 Atzeni C., Massidda L., Sanna U., "*Relationship between rheology and workability of cement mixes containing blast furnace slag*". Silic Indus 1986; 1-2:5-9.
- 112 Wu X., Roy DM., "*Slag cement utilization: rheological properties and related characterization*". Cement and concrete research, vol 14(4), 1984, pp.521-8.
- 113 Bessa-Badreddine A., "*Etude de la contribution des additions minérales aux propriétés physiques mécaniques et de durabilité des mortiers*", Thèse de doctorat de l'université de Cergy Pontoise, 2004, 236 p.
- 114 De Larard F., Moreau A., Buil M. Paillere AM., "*Improvement of mortars and concretes really attributable to condensed silica fume*". 2nd International conference on fly ash, silica fume, slag and natural pozzolans, Madrid vol 2, 1986, pp.959-71.
- 115 Tsivilis S., Chaniotakis E., Kakali G., Batis G., "*An analysis of the properties of Portland limestone*", Cement and concrete composites, vol 24, 2002, pp. 371-8.
- 116 Chen JJ., Fung WWS., Kwan AKH., "*Effects of CSF on strength, rheology and cohesiveness of cement paste*", Construction and Building Materials, vol 35, 2012, pp. 979-987
- 117 Chu Q., Bonnamy S., Van Damme H., "*Surface and colloidal properties of silica fume in aqueous solution*", Proceedings of the 5th CANMET/ACI International Conference on fly ash, silica fume, slag and natural pozzolans in concrete, Milwaukee, Wisconsin, USA, 1995, pp.719-740.
- 118 Dahl PA., Meland I., "*Influence of different pozzolan types upon the effect of plastifying admixture*", Proceedings of the 3th CANMET/ACI International Conference on fly ash, silica fume, slag and natural pozzolans in concrete, Trondheim, Norway, 1989, pp.689-711.
- 119 Nagele E., "*The Zeta potential of cement part II: Effect of PH value*", Cement and concrete research, vol 16, 1986, pp. 6853-63.
- 120 Ferraris CF., Obla KH., Hill R., "*Influence of mineral admixtures on the rheology of cement paste and Rheological properties of cementitious materials containing mineral concrete*", Cement and concrete research, vol 31, 2001, pp. 245-55.
- 121 Shi TY., Tanigawa Y., Mori H., Kurokawa Y., "*A study of effect of superfine powders on fluidity of cement paste*", Transactions of the Japan Concrete Institute, vol 20(2), 1998, pp. 223-8.

- 122 Carlsward J., Emborg M., Utsi S., Oberg P., "*Effect of constituents on the workability and rheology of self-compacting concrete*", Proceeding of the Third international RILEM conference on SCC, Island, Proceedings PRO 33, pp. 143-153, 2003.
- 123 Cyr M., Mouret M., "*Rheological characterization of superplasticized cement pastes containing mineral admixtures : Consequences on self -Compacting Concrete design*", Proceedings of the Seventh CANMET/ACI International Conference on Superplasticizers and Other Chemical Admixtures in Concrete, Berlin, Allemagne, 2003, pp. 241-255.
- 124 Gallias JL., Kara-Ali R., Bigas JP., "*The effect of fine mineral admixtures on water requirement of cement pastes*", Cement and concrete research, vol 30(10), 2000, pp.1543–9.
- 125 Kwan AKH., "*Use of condensed silica fume for making high-strength self consolidating concrete*", Canadian Journal of Civil Engineering, 27, 2000, pp. 620-7.
- 126 Beeralingegowda B., Gundakalle VD., "*The effect of addition of limestone powder on the properties of self compacting concrete*", International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology, vol 2(9), 2013, pp. 2319-8753.
- 127 Shen J., Yurtdas I., Diagana C., Li A., "*Mix-design method of self-compacting concretes for pre-cast industry*". Canadian journal of civil engineering, vol 36 (9), 2009, pp.1459-69.
- 128 Kourounis S., Tsivilis S., Tsakiridis PE., Papadimitriou GD., Tsibouki Z., "*Properties and hydration of blended cements with steelmaking slag*", Cement and concrete research, vol 37, 2007, pp.815–22.
- 129 Shafigh P., Jumaat MZ., Mahmud H., Alengaram UJ., "*Oil palm shell lightweight concrete containing high volume ground granulated blast furnace slag*", Construction and building materials, vol 40, 2013, pp.231–8.
- 130 Krachai RM., Bouabdallah MA., Abdelhadi H., Hamou K., "*Influence de la pouzzolane de beni-saf sur les performances mecaniques des betons autoplaçants*", 1st International Conference on Sustainable Built Environment Infrastructures in Developing Countries ENSET Oran (Algeria) – October 12- 14, 2009.
- 131 Bellifa S., "*Evolution de la porometrie des pates autoplaçantes*" Université abou bekr belkaid - tlemcen faculte de technologie departement de genie civil, memoire en vue de l'obtention du diplôme de magister en génie civil, 2012, 75 p.
- 132 Kara A., "*Influence des additions minérales sur le besoin en eau et les résistances mécaniques des mélanges cimentaires*", Thèse de doctorat de l'université de Cergy Pontoise, 2002.
- 133 Uchikawa H., Uchida S., Hanehara S., "*Flocculation structure of fresh cement paste determined by sample freezing-back scatterd electron image method. II Cemento*", vol 84, 1987, pp.3-22.
- 134 Sheinn AMM., Ho DWS., Tam CT., "*Effects of particule shape on paste rheology of SCC*", Proceeding of the Third International Symposium on Self Compacting Concrete, Reykjavik, Island, 2003, pp.233-39.
- 135 Saada R., Barrioulet M. et Legrand C., "*Influence des fluidifiants sur les caractéristiques rhéologique des pâtes de ciments fillerisés*". Laboratoire Matériaux

- et Durabilité des Constructions, I.N.S.A.-U.P.S. de Toulouse, France, 1990, 91-105p.
- 136 Hinrichs W., Older I., "*Investigation on the hydration of portland blast furnace slag cement*", Advances in cement research, vol 2(9-13),1989, pp.15-20.
 - 137 Grzeszczyk S., Janowska-Renkas E., "*The influence of small particle on the fluidity of blast furnace slag cementpaste containing superplasticizers*" Construction and building materials, vol 26(1),2012, pp.411–5.
 - 138 Colak A., "*Characteristics of pastes from a Portland cement containing different amounts of natural pouzzolan*". Cement and concrete research, vol 33, 2003, pp.585-593.
 - 139 NF P 15-403, Sable normal, mortier normal, AFNOR, Paris, 1996.
 - 140 XP P 18-303, Normalisation française:Eau de gâchage pour béton, Août 1999, 16p.
 - 141 EN 196-1, Méthodes d'essais des ciments détermination des résistances mécaniques, mai 1990,24p.
 - 142 Hamza S., Kadri EH., Ngo TT., Bouvet A., Cussigh F., Kenai S., " *A new vane rheometer for fresh mortar: development and validation*", Applied Rheology, vol 24(2), 2014, pp.22594.
 - 143 **ADJOUDJ M.**, EZZIANE K., Kadri El Hadj., Ngo TT., Kaci A., "*Evaluation of rheological parameters of mortar containing various amounts of mineral addition with polycarboxylate superplasticizer*", Construction and Building Materials, vol 70, 2014, pp. 549–559.
 - 144 Burns D., "*Etat des connaissances dans le béton projeté par voie humide*",2007.
 - 145 Koehler E., Fowler D.,Ferraris C., Amziane S., "*New portable rheometer for fresh self-consolidating concrete*", ACI Materials Journal, vol 233,2006,pp.97-116.
 - 146 Lanos C., Estellé P., "*Vers une réelle rhéométrie adaptée aux bétons frais*", European Journal of Environmental and Civil Engineering, vol 13(4),2009, pp. 457-471.
 - 147 **M. ADJOUDJ.**, K.EZZIANE., Z .DIDOUCHE ., E.H.KADRI ., "*Etude des propriétés rhéologiques des mortiers selon la teneur en laitier et le dosage du superplastifiant*",Conférence Nationale sur les Matériaux et Structures, Ecole Nationale Polytechnique(Algérie), 29 et 30 octobre 2013,.
 - 148 Boukendakdji O., Kenai S., Kadri EH., Rouis F., "*Effect of slag on the rheology offresh self-compacted concrete*". Construction and building materials, vol 23(7), 2009 , pp.2593–8.
 - 149 Hallal A., Kadri EH., Ezziane K., Kadri A., Khelafi H., "*Combined effect of mineral admixtures with superplasticizers on the fluidity of the blended cement paste*",Construction and building materials, vol 24(8),2010, pp.1418–23.
 - 150 **ADJOUDJ M.**, EZZIANE K., KADRI EH., "*Effet de la fumée de silice sur la rhéologie des mortiers en présences d' superplastifiant*", Colloque international sur les Matériaux et le développement durable, Université M'Hamed Bougara Boumerdes (Algérie) 06-09 Mai 2013.
 - 151 Banfill PFG, "*Additivity effects in the rheology of fresh concrete containingwater-reducing admixtures*", Construction and building materials, vol 25(6), 2011,2955–60.

- 152 Şahmaran M., Christianto HA., Yaman IO., "*The effect of chemical admixtures and mineral additives on the properties of self-compacting mortars*". Cement and concrete composites, vol 28(5), 2006, pp.432–40.
- 153 Heikal M., Morsy MS., Aiad I., "*Effect of treatment temperature on the early hydration characteristics of superplasticized silica fume blended cement pastes*", Cement and concrete research , vol 35, 2005, pp. 680-7.
- 154 Puertas F., Santos H., Palacios M., Martinez-Ramirez S., *Polycarboxylate superplasticiser admixtures: effect on hydration, microstructure and rheological behaviour in cement pastes*, Advances in cement research, vol 17(2), 2005, pp. 77–89.
- 155 Christianto HA., "*Effect of chemical and mineral admixtures on the fresh properties of self compacting mortars*", MSc thesis. Türk Middle East Technical University; 2004. 61p.
- 156 Powers TC., "*The Properties of Fresh Concrete*". New York, USA: John Wiley & Sons; 1968. 664 p.
- 157 Helmuth RA., "*Structure and rheology of fresh cement paste*". 7th International Congress of Chemistry of Cement; 1980. Sub-theme VI-0. p. 16–30.
- 158 Kwan AKH., Li Y., "*Combined effects of water film, paste film and mortar film thicknesses on fresh properties of concrete*", Construction and building materials, vol 50, 2014, pp.598- 608.
- 159 Kwan AKH., Wong HHC., "*Effects of packing density, excess water and solid surface area on flowability of cement paste*", Advances in cement research, 2008;20(1):1–11.
- 160 Kwan AKH., Fung WWS., "*Roles of water film thickness and SP dosage in rheology and cohesiveness of mortar*", Cement and concrete composites, vol, 34, 2012, pp.121–130.
- 161 Zhang C., Wang A., Tang M., Liu X., "*The filling role of pozzolanic material*". Cement and concrete research, vol 26(6), 1996, pp.943–7.
- 162 Kwan AKH., Li Y., "*Effects of fly ash microsphere on rheology, adhesiveness and strength of mortar*", Construction and building materials, vol 42, 2013, pp.137-145.
- 163 Isaia G., Gastaldini A., Moraes R., "*Physical and pozzolanic action of mineral additions on the mechanical strength of high-performance concrete*". Cement and concrete composites, vol 25(1), 2003, pp.69-76.
- 164 Papadakis VG., "*Effect of supplementary cementing materials on concrete resistance against carbonation and chloride ingress*", Cement and concrete research, vol 30(2), 2000, pp.291-299.
- 165 Fung WWS., Kwan AKH., "*Effects of CSF content on rheology and cohesiveness of mortar*", Cement and concrete composites, vol 32, 2010, pp.255-64.